This is a digital copy of a book that was preserved for generations on library shelves before it was carefully scanned by Google as part of a project to make the world's books discoverable online.

It has survived long enough for the copyright to expire and the book to enter the public domain. A public domain book is one that was never subject to copyright or whose legal copyright term has expired. Whether a book is in the public domain may vary country to country. Public domain books are our gateways to the past, representing a wealth of history, culture and knowledge that's often difficult to discover.

Marks, notations and other marginalia present in the original volume will appear in this file - a reminder of this book's long journey from the publisher to a library and finally to you.

Usage guidelines

Google is proud to partner with libraries to digitize public domain materials and make them widely accessible. Public domain books belong to the public and we are merely their custodians. Nevertheless, this work is expensive, so in order to keep providing this resource, we have taken steps to prevent abuse by commercial parties, including placing technical restrictions on automated querying.

We also ask that you:

+ *Make non-commercial use of the files* We designed Google Book Search for use by individuals, and we request that you use these files for personal, non-commercial purposes.

+ *Refrain from automated querying* Do not send automated queries of any sort to Google's system: If you are conducting research on machine translation, optical character recognition or other areas where access to a large amount of text is helpful, please contact us. We encourage the use of public domain materials for these purposes and may be able to help.

+ *Maintain attribution* The Google "watermark" you see on each file is essential for informing people about this project and helping them find additional materials through Google Book Search. Please do not remove it.

+ *Keep it legal* Whatever your use, remember that you are responsible for ensuring that what you are doing is legal. Do not assume that just because we believe a book is in the public domain for users in the United States, that the work is also in the public domain for users in other countries. Whether a book is still in copyright varies from country to country, and we can't offer guidance on whether any specific use of any specific book is allowed. Please do not assume that a book's appearance in Google Book Search means it can be used in any manner anywhere in the world. Copyright infringement liability can be quite severe.

About Google Book Search

Google's mission is to organize the world's information and to make it universally accessible and useful. Google Book Search helps readers discover the world's books while helping authors and publishers reach new audiences. You can search through the full text of this book on the web at `http://books.google.com/`

Über dieses Buch

Dies ist ein digitales Exemplar eines Buches, das seit Generationen in den Regalen der Bibliotheken aufbewahrt wurde, bevor es von Google im Rahmen eines Projekts, mit dem die Bücher dieser Welt online verfügbar gemacht werden sollen, sorgfältig gescannt wurde.

Das Buch hat das Urheberrecht überdauert und kann nun öffentlich zugänglich gemacht werden. Ein öffentlich zugängliches Buch ist ein Buch, das niemals Urheberrechten unterlag oder bei dem die Schutzfrist des Urheberrechts abgelaufen ist. Ob ein Buch öffentlich zugänglich ist, kann von Land zu Land unterschiedlich sein. Öffentlich zugängliche Bücher sind unser Tor zur Vergangenheit und stellen ein geschichtliches, kulturelles und wissenschaftliches Vermögen dar, das häufig nur schwierig zu entdecken ist.

Gebrauchsspuren, Anmerkungen und andere Randbemerkungen, die im Originalband enthalten sind, finden sich auch in dieser Datei – eine Erinnerung an die lange Reise, die das Buch vom Verleger zu einer Bibliothek und weiter zu Ihnen hinter sich gebracht hat.

Nutzungsrichtlinien

Google ist stolz, mit Bibliotheken in partnerschaftlicher Zusammenarbeit öffentlich zugängliches Material zu digitalisieren und einer breiten Masse zugänglich zu machen. Öffentlich zugängliche Bücher gehören der Öffentlichkeit, und wir sind nur ihre Hüter. Nichtsdestotrotz ist diese Arbeit kostspielig. Um diese Ressource weiterhin zur Verfügung stellen zu können, haben wir Schritte unternommen, um den Missbrauch durch kommerzielle Parteien zu verhindern. Dazu gehören technische Einschränkungen für automatisierte Abfragen.

Wir bitten Sie um Einhaltung folgender Richtlinien:

+ *Nutzung der Dateien zu nichtkommerziellen Zwecken* Wir haben Google Buchsuche für Endanwender konzipiert und möchten, dass Sie diese Dateien nur für persönliche, nichtkommerzielle Zwecke verwenden.

+ *Keine automatisierten Abfragen* Senden Sie keine automatisierten Abfragen irgendwelcher Art an das Google-System. Wenn Sie Recherchen über maschinelle Übersetzung, optische Zeichenerkennung oder andere Bereiche durchführen, in denen der Zugang zu Text in großen Mengen nützlich ist, wenden Sie sich bitte an uns. Wir fördern die Nutzung des öffentlich zugänglichen Materials für diese Zwecke und können Ihnen unter Umständen helfen.

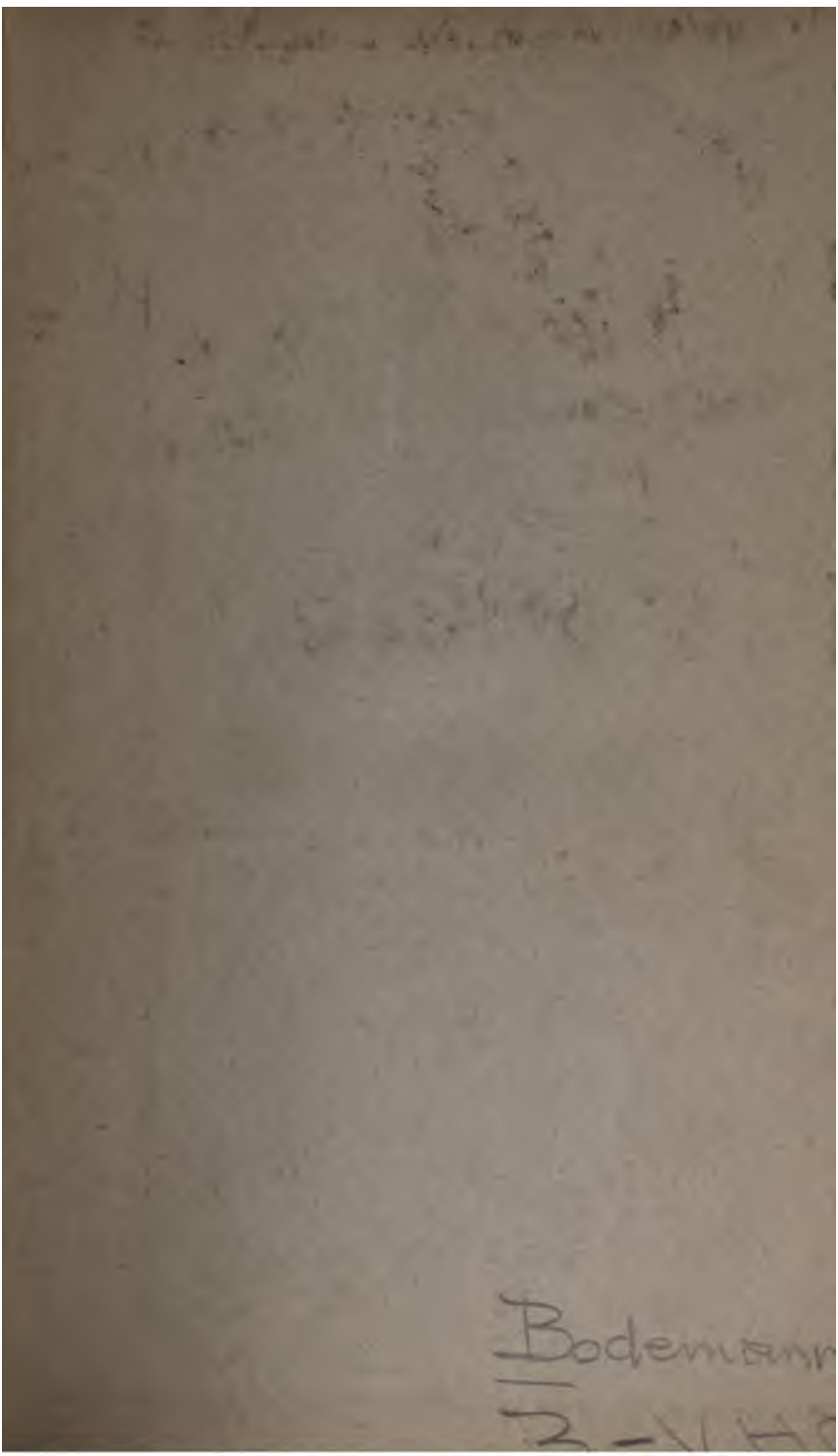
+ *Beibehaltung von Google-Markenelementen* Das "Wasserzeichen" von Google, das Sie in jeder Datei finden, ist wichtig zur Information über dieses Projekt und hilft den Anwendern weiteres Material über Google Buchsuche zu finden. Bitte entfernen Sie das Wasserzeichen nicht.

+ *Bewegen Sie sich innerhalb der Legalität* Unabhängig von Ihrem Verwendungszweck müssen Sie sich Ihrer Verantwortung bewusst sein, sicherzustellen, dass Ihre Nutzung legal ist. Gehen Sie nicht davon aus, dass ein Buch, das nach unserem Dafürhalten für Nutzer in den USA öffentlich zugänglich ist, auch für Nutzer in anderen Ländern öffentlich zugänglich ist. Ob ein Buch noch dem Urheberrecht unterliegt, ist von Land zu Land verschieden. Wir können keine Beratung leisten, ob eine bestimmte Nutzung eines bestimmten Buches gesetzlich zulässig ist. Gehen Sie nicht davon aus, dass das Erscheinen eines Buchs in Google Buchsuche bedeutet, dass es in jeder Form und überall auf der Welt verwendet werden kann. Eine Urheberrechtsverletzung kann schwerwiegende Folgen haben.

Über Google Buchsuche

Das Ziel von Google besteht darin, die weltweiten Informationen zu organisieren und allgemein nutzbar und zugänglich zu machen. Google Buchsuche hilft Lesern dabei, die Bücher dieser Welt zu entdecken, und unterstützt Autoren und Verleger dabei, neue Zielgruppen zu erreichen. Den gesamten Buchtext können Sie im Internet unter `http://books.google.com` durchsuchen.

ARIES
516 5


Bodemann

TH. BODEMANN'S

ANLEITUNG

ZUR

BERG- UND HÜTTENMÄNNISCHEN

PROBIERKUNST.

VERVOLLSTÄNDIGT UND GROSSENTHEILS UMGEARBEITET

VON

BRUNO KERL

KÖNIGL. HANNOV. HÜTTENMEISTER UND LEHRER DER HÜTTENKUNDE UND PROBIER-KUNST AN DER KÖNIGL. BERGSCHULE ZU CLAUSTHAL.

ASTOR LIBRARY NEW-YORK

ZWEITE AUFLAGE.

MIT FÜNF FIGURENTAFELN.

CLAUSTHAL 1857.

AC DER GROSSESCHEN BUCHHANDLUNG.

TH. BODEMANN'S

ANLEITUNG

ZUR

BERG- UND HÜTTENMÄNNISCHEN

PROBIERKUNST.

VERVOLLSTÄNDIGT UND GROSSENTHEILS UMGEARBEITET

VON

BRUNO KERL

KÖNIGL. HANNOV. HÜTTENMEISTER UND LEHRER DER HÜTTENKUNDE UND PROBIER-KUNST AN DER KÖNIGL. BERGSCHULE ZU CLAUSTHAL.

ASTOR LIBRARY
NEW-YORK

ZWEITE AUFLAGE.

MIT FÜNF FIGURENTAFELN.

CLAUSTHAL 1857.

VERLAG DER GROSSE'SCHEN BUCHHANDLUNG.

Die Herausgabe einer Übersetzung dieses Werkes in fremde Sprachen wird vorbehalten.

SR. EXCELLENZ

Herrn

Georg Eduard Wilhelm

Grafen von Kielmannsegge,

Königlich Hannoverschem Minister des Königlichen Hauses, der Finanzen und des Handels, Vorstand des Gesammt-Ministeriums, Grosskreuz des Königlichen Guelphen-Ordens &c. &c.

ehrfurchtsvoll gewidmet

von

NEW YORK
PUBLIC
LIBRARY

Vorwort

zur ersten Auflage.

Dieses Buch ist veranlasst worden durch den Wunsch, bei der mir obliegenden Ertheilung des Unterrichts in der berg- und hüttenmännischen Probierkunst an der hiesigen Bergschule einen Leitfaden zu haben, welcher vorzugsweise auf das künftige praktische Bedürfnis des Schülers gerichtet ist.

Eine allgemeine Kenntnis der ersten Anfangsgründe der unorganischen Chemie und Mineralogie habe ich vorausgesetzt, dagegen absichtlich Alles weggelassen, was mir zweckmässiger der analytischen Chemie anzugehören schien.

Obgleich in diesem kleinen Buche eben keine grossen Beiträge zur Probierkunst vorkommen, so glaubte ich doch, dass essen Abfassung nicht ohne Nutzen sein dürfte, da sich der nfänger weder alle neuere Literatur anschaffen, n rchstudieren kann. Ich habe daher aus der

Die zweite Abtheilung, welche die quantitativen dokimastischen Proben enthält, hat fast durchweg eine Umarbeitung erfahren müssen, um den Anforderungen hinsichtlich der Classification und Vollständigkeit der Probiermethoden zu entsprechen. Dabei ist bei der häufigen Unzuverlässigkeit des trockenen Weges dem nassen Wege, namentlich aber den bewährt gefundenen Titriermethoden, eine zweckdienliche Berücksichtigung zu Theil geworden.

Clausthal, im Februar 1857.

Bruno Kerl.

Inhaltsverzeichnis.

Einleitung.

Begriff von Probierkunst 1. Unterschied zwischen Probierkunst und analytischer Chemie 1. Löthrohruntersuchungen 2. Zweck des Probierens 3. Dokimastische Literatur 4. Hülfswissenschaften 7.

Erste Abtheilung.

Propädeutik der berg- und hüttenmännischen Probierkunst.

Erster Abschnitt.

Waagen und Gewichte.

Pag.

1. Waagen 11

Eigenschaften einer guten Waage 11. Prüfung einer Waage 13. Erforderliche Waagen: Kornwaage 14. Vor- oder Einwiegewaage 15. Gewöhnliche Handwaagen 16. Regeln beim Wägen 16.

2. Gewichte 17

Material zu den Gewichten: Quarz, Silber, Messing, Platin, Aluminium 17. Prüfung der Gewichte 18. Übliche Probiergewichte: Centnergewicht 18. Markgewicht 19. Richtpfenniggewicht 20. Grammgewicht 20. Englisches Gewicht 21. Apothekergewicht 22. Vergleichung verschiedener Gewichte 22. Metrologische Literatur 23.

Zweiter Abschnitt.

Erhitzungs- und Erwärmungs-Apparate.

§. 3. Muffelöfen . . . . . .
Construction 24. Feste und tragbare Muffelöfen 25. Muffelöffen mit und ohne Rost 25. Muffeln aus Thon 26. Desgl. aus Gusseisen 26. Brennmaterial 27. Transportabler Holzkohlenmuffelofen aus Eisenblech ohne Rost (ältere Harzer Öfen) 27. Desgleichen aus Thonplatten (neuere Harzer Öfen) 28. Holzkohlenöfen mit eiserner Muffel und mit Rost 28. Schlesischer Cokesmuffelofen 29. Ältere Freiberger Holzkohlenmuffelöfen 30. Plattner's Steinkohlenmuffelofen 31. Vergleichung der Steinkohlen- und Holzkohlenmuffelöfen 35.

§. 4. Zugöfen zu Schmelzungen in Tiegeln (Tiegelöfen, Windöfen) . . . . . .
Construction 35. Zugofen mit Esse und Fuchs 36. Transportabler Zugofen mit Dom 37. Dimensionen der Zugöfen 37. Einstellen der Tiegel 40. Brennmaterial 40. Zugöfen mit Holzkohlen- und Cokesfeuerung 40. Zugöfen mit Steinkohlenfeuerung 40.

§. 5. Destillieröfen . . . . . .
Construction 42. Quecksilberdestillierofen 43 Zugdestillierofen 43. Gebläsedestillierofen 45.

§. 6. Probieresse und Gebläseofen . . . . .
Allgemeines 45. Construction einer Probieresse 45. Sefström's Gebläseofen 48. Deville's Platinschmelzofen 50. Probieressen mit Rost. 50. Tiegelofen mit Gebläse 51.

§. 7. Abdampf-, Digerier- und Trocknungsfeuer . .
Allgemeines 52. Sandbäder 52. Freies Kohlenfeuer 53. Wasserbäder 54. Exsiccatoren 55. Luftbäder 55. Stubenofen 56. Universalsandbad 46. Einrichtung eines Probierlaboratoriums 56. Metallurgisches Laboratorium zu Clausthal 57. Literatur 58.

Dritter Abschnitt.

Gefässe und übrige Geräthschaften.

§. 8. Capellen . . . . . .
Allgemeines 58. Eigenschaften guter Capellen 59. Capellenmasse: Knochen 59. Holzasche 61. Äscher 64.

Pag.

Gemenge von Holz- und Knochenasche 65. Mergel 65. Schwerspath und Thon 65. Anfertigung der Capellen 66.

9. Thongefässe 70

Eigenschaften 70. Zusammensetzung feuerfester Thone 70. Verschiedene Arten Thongefässe: Scherben 73. Tiegel oder Tuten 74. Bleituten 74. Kupfertuten 75. Eisentuten 75. Zubereitung des Thones 77. Graphittiegel 78. Anfertigung der Tiegel 78. Muffeln 79. Röhren und Retorten 79. Behandlung der Thongefässe 80.

10. Kohlen- und Cokescapellen 81

Anwendung derselben 81. Kohlencapellen 81. Cokescapellen 81.

11. Übrige Geräthschaften des Probierers . . 82

Vorrichtungen zum Wegnehmen, Zerkleinen, Laminieren, Sieben &c. des Probiergutes 82. Vorrichtungen zum Ein- und Herausbringen der verschiedenen Gefässe, Hülfsmaterialien &c. in und aus den Oefen 83. Vorrichtungen, um glühende Gefässe oder ausgegossene geschmolzene Massen aufzunehmen 84. Vorrichtungen, der analytischen Chemie entlehnt 84. Diverse Vorrichtungen 87. Gefässe zum Aufbewahren der Hülfsmaterialien 88.

Vierter Abschnitt.

Gewöhnliche Hülfsmaterialien.

12. Lösungsmittel, Reagentien, Zuschläge, Flussmittel 88

Salpetersäure 88. Salzsäure 90. Königswasser 90. Schwefelsäure 91. Essigsäure 91. Destilliertes Wasser 91. Kohle: Holzkohle 92. Cokes 92. Graphit 92. Stärke, Weizen- und Roggenmehl 93. Zucker und Zuckerkohle 94. Kolophonium 94. Kohlensaures Ammoniak 94. Pottasche 94. Reinigung der P. 96. Aufbewahrung der P. 97. Prüfung der P. auf Wasser, kohlensaures Kali, kohlensaure Erden, Schwefelkalium, Ätzkali und kohlensaures Natron 97—101. Soda 102. Schwarzer, weisser und roher Fluss 104. Gemenge von Pottasche und Kohle 106. Gemenge von Pottasche und Mehl 106. Kalisalpeter 107. Prüfung auf den Gehalt an salpetersaurem Kali: Huss' Krystallisationsprobe 107. Gay-Luss-
110. Bestimmung des Wassers 111, de

Beimengungen 111, der Kalk- und Talkerde 111, des Chlors 111, der Schwefelsäure 112, des salpetersauren Natrons 112. Natronsalpeter 113. Schiesspulveruntersuchung 113. Kochsalz 115. Borax 116. Phosphorsalz 118. Flussspath 118. Glas 118. Kalkerde 120. Thonerde, Thon 121. Kieselerde 121. Metallisches Arsen 122. Blei 122. Bleiglätte 125. Bleizucker 125. Bleiglas 126. Eisen 126. Eisenhammerschlag 127. Kupfer 127. Silber 128. Gold 130.

Fünfter Abschnitt.

Nehmen und Vorrichten des Probiergutes.

§. 13. Probenehmen . . . . . .
Allgemeines 133. Probenehmen von Legierungen: Ausbiebprobe 133. Bohrprobe 134. Spanprobe 135. Schöpfprobe 135. Granalienprobe 136. Probenehmen von sehr harten Substanzen 136. Probenehmen von Brennstoffen 137. Probenehmen von Haufwerken 137. Probenehmen von Schliechen 137. Oberharzer und Freiberger Verfahren 138. Proben von Stücken 139.

§. 14. Zurichten der Proben . . . . . .
Möllerproben 141. Probenehmen von Gemengen von spröden und geschmeidigen Substanzen 141. Verfahren beim Zurichten 142.

§. 15. Nässprobe . . . . . .
Zweck 143. Verfahren 144.

Sechster Abschnitt.

Gewöhnliche Arbeiten des Probierers.

§. 16. Allgemeines . . . . . .

§. 17. Glühen, Brennen oder Calcinieren . . .
Zweck 145. Glühevorrichtungen und Gefässe 146.

§. 18. Rösten . . . . . .
Zweck 149. Vorsichtsmassregeln 149. Zerlegung feuerbeständiger Salze 149. Röstvorrichtungen u. Apparate 150. Röstverfahren 150.

§. 19. Schmelzen . . . . . .
Zweck 152. Schmelzapparate 153.

§. 20. Abtreiben . . . . . .
Allgemeines 154.

Pag.

21. Gaarmachen oder Spleissen 154
Allgemeines 154.

22. Sublimieren und Destillieren 154
Allgemeines 154.

23. Sonstige Operationen 154
Chemisch-analytische Operationen 155.

Siebenter Abschnitt.

Aufstellung und Angabe der durch die dokimastischen Proben gefundenen Resultate.

24. Allgemeines 157
Allgemeines 157.

Zweite Abtheilung.

Quantitative dokimastische Proben.

Erster Abschnitt.

Proben auf Blei.

25. Mängel der trockenen Proben 165
Ungenauigkeit der Bleiproben 165. Ursachen derselben 165.

26. Classification der Bleiproben 167
Geschwefelte Erze und Producte 167. Oxydierte Erze und Producte 168.

Erstes Kapitel.

Probierverfahren für Erze und Hüttenproducte, welche das Blei an Schwefel oder Selen gebunden enthalten.

A. Erze und Hüttenproducte mit einem geringen Gehalte an fremden Schwefelungen und einem grösseren oder geringeren Gehalte an erdigen Beimengungen.

27. Schmelzen mit kohlensaurem Kali (Pottasche) . 169
Verfahren auf den Oberharzer Hütten 169. Theorie 172. Beurtheilung dieser Probe 174.

28. Schmelzen mit schwarzem Fluss 176
Theorie 176. Verfahren zur Victor-Friedrichshütte 177.

29. Schmelzen bei Zusatz von metallischem Eisen mit Pottasche, Soda oder schwarzem Fluss

Verfahren (in Freiberg) 177. Theorie 178. Beurtheilung dieser Probe 180. Modificationen derselben 180.

§. 30. Schmelzen mit Fluss- und Reductionsmitteln in schmiedeeisernen Tiegeln 1

Verfahren 181.

B. Erze und Hüttenproducte mit einem bedeutenden Gehalte an fremden Schwefelungen oder Arsen- und Antimonverbindungen und mit einem grösseren oder geringeren Gehalte an Erden.

§. 31. Allgemeines 1

Auswahl eines Probierverfahrens 182.

§. 32. Röstreductionsprobe 1

Verfahren am Unterharze 183. Theorie 183. Beurtheilung dieser Probe 184.

§. 33. Probe mit Schwefelsäure 1

Verfahren 184.

C. Bleiarme Substanzen mit einem bedeutenden Gehalte an erdigen Körpern (Aufbereitungsabgänge, Fluthafter &c.).

§. 34. Schmelzen mit Flussmitteln und einer abgewogenen Silbermenge 1

Verfahren 186.

§. 35. Schmelzen mit Solvierungsmitteln und Eisen (Rivot's Methode) 1

Verfahren 186.

§. 36. Indirectes Verfahren (durch Rechnung) . . 1

Zweites Kapitel.

Probierverfahren für Erze und Hüttenproducte, welche das Blei als Oxyd enthalten.

A. Das Bleioxyd ist an fixe Mineralsäuren gebunden.

§. 37. Schmelzen mit Reductionsmitteln . . . 1

Verfahren 187.

§. 38. Schmelzen mit Reductionsmitteln und Eisen . 1

Verfahren 188.

B. Das Bleioxyd ist frei oder an Kieselsäure, Kohlensäure oder an eine organische Säure gebunden.

§. 39. Schmelzen mit Reductionsmitteln . . . 1

Verfahren 189.

Pag.

40. Schmelzen mit Reductions- und Solvierungsmitteln 189
Verfahren 189.

Drittes Kapitel.

Bleilegierungen.

41. Schwefelsäureprobe 191
Verfahren 191.

Zweiter Abschnitt.

Proben auf Kupfer.

42. Classification der Kupferproben . . . 192
Allgemeines 192. Proben auf trockenem Wege 192. Proben auf nassem Wege 193. Classification 193.

Erstes Kapitel.

Kupferproben auf trockenem Wege.

I. Geschwefelte Erze und Producte mit oder ohne einen Gehalt an Selen, Arsen oder Antimon.
A. Proben für reichere Erze und Producte.

43. Deutsche Kupferprobe 195
Rösten 195. Schwarzmachen 198. Gaarmachen des Schwarzkupfers 203. Gaarmachen auf dem Scherben 203. Gaarmachen auf der Capelle 207.

44. Englische Kupferprobe 208
Verfahren 208.

45. Plattner's Kupferprobe 211
Allgemeines 211.
B. Proben für ärmere Erze und Producte.

46. Concentrationsschmelzen 211
Verfahren 211.

47. Schmelzen mit Ansammlungsmitteln . . 212
Verfahren 212.
II. Oxydierte Erze und Producte.

48. Probiermethoden 213
Schwarzmachen 213. Rösten und Schwarzmachen 213. Reductionsschmelzen mit Ansammlungsmitteln 213. Concentrationschmelzen 213.
III. Kupferlegierungen.

9. Probiermethoden . . . .
Verfahren 214.

§. 50. Beurtheilung der Kupferproben auf trockenem Wege 2

Zweites Kapitel.

Kupferproben auf nassem Wege.

I. Proben für kupferreichere Substanzen.

§. 51. Modificierte Schwedische Kupferprobe, auf den Oberharzer Hütten in Anwendung . . . 2
Älteres Verfahren 216. Neueres Verfahren 217. Mohr's Modification 220. Erweiterung des Oberharzer Verfahrens 229.

§. 52. Colorimetrische Kupferproben 2
Theorie 222.
1. Heine's Methode. Allgemeines Verfahren 223. Musterflüssigkeiten 224. Herstellung der Probelösung 225. Vergleichung der Probe- und Normalflüssigkeit 227. Grenzen der Probe 229. Störende Agentien 229. Veränderlichkeit der Musterflüssigkeiten 230.
2. Jacquelain's und v. Hubert's Verfahren. Verfahren 231. Normallösung 232. Probeflüssigkeit 232. Vergleichung von Normallösung und Probeflüssigkeit 232. Beurtheilung der Probe 234. Vergleichung der Probe mit dem Heine'schen und dem Oberharzer Verfahren 234.
3. Müller's Probe mit dem Complementär-Colorimeter. Wesen dieser Probe 236.

§. 53. Titrier-, massanalytische oder volumetrische Kupferproben 2
Verschiedene Methoden 237.
1. Pelouze's Fällungsmethode mittelst Schwefelnatriums. Wesen dieser Probe 237. Verfahren 238. Darstellung der Schwefelnatriumlösung 238. Beurtheilung der Probe 239.
2. Schwarz' Methode mit der Modification von F. Mohr. Verfahren 240.

§. 54. Sonstige Kupferproben 2
Methode von Levol 241, von Robert und Byer 241, von Rivot 241.

II. Proben für kupferärmere Substanzen.

§. 55. Colorimetrische Kupferprobe 2
Allgemeines 242.

Pag.

Dritter Abschnitt.

Proben auf Eisen.

56. Allgemeines 242
Zweck der Proben 242.

57. Dokimastische Untersuchung der Eisensteine auf den darstellbaren Roheisengehalt . . . 243
Eisenerze 243. Zweck der Proben 244. Probierverfahren 245. Theorie derselben 250. Hauptmomente beim Beschicken 251. Qualität der Zuschläge 252. Kennzeichen zur Beurtheilung einer Probe 259. Quantität der Zuschläge 260. Proben auf Leichtschmelzigkeit 263. Vorschriften für Beschickungen 263.

. Eisenproben auf nassem Wege . . . 268
Allgemeines 269.
A. Eisenprobe von Fuchs. Verfahren 269. Theorie 269. Störende Einflüsse 270. Vorsichtsmassregeln 271. Bestimmung von Eisenoxyd und Eisenoxydul 273. Genauigkeit dieser Probe 274.
B. Titrierprobe von Margueritte. Theorie 274. Verfahren 275. Bereitung der Chamäleonlösung 276. Störende Einflüsse 277.
C. Colorimetrische Eisenprobe. Herapath's Verfahren 277. Modification von Ragsky 279. Bereitung von Schwefelcyankaliumlösung 280.

. Beschickungsproben für den Hohofenbetrieb . 281
Zweck 280. Allgemeines 281.

Vierter Abschnitt.

Proben auf Silber.

0. Classification der Silberproben 283
Trockene Silberproben 283. Flüssigkeit des Silbers 284. Capellenzug 284. Nasse Silberprobe 286. Classification der Silberproben 286.

Erstes Kapitel.

Silberproben auf trockenem Wege.

I. Proben für Erze und Hüttenproducte, welche keine Legierungen sind.

P

§. 61. Die Ansiedeprobe für silberärmere und reichere Erze 2
Perioden 287. Beschickung 288. Verschlacken oder Ansieden 289. Theorie 292 Beispiele 296. Abtreiben 299. Einwirkung der Glätte auf verschiedene Schwefelungen 292.

§. 62. Schmelzprobe für bleiische silberärmere Erze . 3
Verfahren 305.

§. 63. Schmelzprobe für silberarme kiesige Erze und Producte 3
Theorie 307.

§. 64. Schmelzproben für silberarme erdige Substanzen (Schlacken, Fluthafter &c.) 3
1. Oberharzer Verfahren 311. 2. Proben für bleiische Producte 312. 3. Ansiedeprobe 313. 4. Nasser Weg 313. 5. Concentrationsschmelzen 313.

II. Proben für silberhaltige Legierungen.

§. 65. Metall-Legierungen, in denen Blei oder Wismuth den Hauptbestandtheil ausmachen . . . 3
Verfahren 314.

§. 66. Silberhaltiges Zinn 3
Verfahren 314.

§. 67. Eisen, Roheisen und Stahl 3
Verfahren 315.

§. 68. Metall-Legierungen, welche Quecksilber enthalten (natürliche Amalgame, Producte der Amalgamation &c.) 3
Verfahren 315.

§. 69. Legierungen von Silber und Kupfer . . 3
Allgemeines 316. 1. Silberhaltiges Kupfer, Probierverfahren 316. 2. Legiertes Silber (Barrnproben, Münzproben, Feinproben) 317. Vorproben 317. Hauptverfahren 321. Capellenzug 326.

§. 70. Legierungen von Silber und Gold, sowie Legierungen von Silber und Platin . . . 3

Zweites Kapitel.

Silberproben auf nassem Wege.

§. 71. Gay-Lussac's Titrierprobe 3
Entstehung 330. Verfahren 331.

Pag.

72. Sonstige Proben 343

Fünfter Abschnitt.

Proben auf Gold.

73. Allgemeines 344

Proben auf trockenem Wege 344. Nasser Weg 345.

Erstes Kapitel.

Goldhaltige Substanzen, welche keine Legierungen sind.

74. Mechanische Goldprobe 345

Verfahren 345.

75. Proben auf trockenem Wege 347

Allgemeines. Die Ansiedeprobe 347. Tiegelschmelzen mit Blei oder Bleiglätte, Verfahren 348. Lechprobe, Verfahren 349. Abtreiben 349.

76. Proben auf nassem Wege 350

1. Das Verfahren mit Königswasser 350. 2. Plattner's Methode mit Chlorgas für arme Kiese und steinige Hüttenproducte 351.

Zweites Kapitel.

Goldhaltige Legierungen.

77. Legierungen des Goldes mit Silber und Kupfer 353

A. Goldscheidung mittelst Salpetersäure (Quartation). Theorie 353. Vorproben 355. Vorprobe mit dem Probierstein 355. Vorprobe durch Abtreiben 357.

1. Silber oder silber- und kupferhaltiges Gold. Karatgewicht 358. Beschickung 359. Abtreiben 361. Ausplatten der Legierung 362. Scheidung durch Salpetersäure 363. Abspülen 365. Ausglühen des Goldes 365. Vorsichtsmassregeln 366. Ausscheidung des Goldes in Rollenform 367. Stärke der Salpetersäure 367. Bestimmung des Silberrückhalts 368. Goldverlust 370. Kandelhardt's Probierverfahren 371. Laboratorium für Goldproben 373.

2. Goldhaltiges Silber. Probierverfahren 374.

B. Goldscheidung mittelst Schwefelsäure. Mängel dieser Methode 377.

C. Goldscheidung mittelst Königswasser. Mängel dieser Methode 377.

§. 78. Proben für sonstige Legierungen des Goldes . .
Verfahren 378.

Sechster Abschnitt.

Proben auf Platin.

§. 79. Classification der Proben . . . . . .

Erstes Kapitel.

Untersuchung der Platinerze auf den technisch darstellbaren Platingehalt.

§. 80. Untersuchungsmethoden . . . . . .
Allgemeines 380. Erste Methode 380. Zweites Verfahren 381. Platinrückstände 382. Goldbestimmung 383.

Zweites Kapitel.

Probierung Gold, Silber und Kupfer enthaltender Legierungen, in denen Platin einen Bestandtheil ausmacht.

§. 81. Untersuchungsmethoden . . . . . .
Allgemeines 384.
A. Platin mit Silber oder mit Silber und Kupfer. Probierverfahren 385. Vorprüfung 386. Hauptprüfung 387.
B. Platin mit Gold oder mit Gold und Kupfer. Geringerer Platingehalt 388. Grösserer Platingehalt 388.
C. Platin mit Gold, Silber und Kupfer. Probierverfahren 390. Vorläufige Proben 391.
D. Platin mit Gold, Silber, Kupfer, Iridium, Rhodium und Palladium, Scheidungsmethode 392.

Siebenter Abschnitt.

Proben auf Quecksilber.

§. 82. Allgemeines . . . . . .
Erze 393. Theorie der Proben 394.

Erstes Kapitel.

Quecksilberproben auf trockenem Wege.

§. 83. Proben für geschwefelte oder chlorierte Quecksilberverbindungen . . . . . .
1. Reichere Erze, Beschickung 394. Destillation 395.

Pag.

Verfahren zu Idria 398. Berthier's Modification bei einem Gehalt an Arsen &c. 399.
2. Arme Erze. Probiermethode 400.

§. 84. Proben für gediegen Quecksilber und Amalgame 401
Verfahren 401.

Zweites Kapitel.

Quecksilberproben auf nassem Wege.

§. 85. Titrierproben 401
Allgemeines 401.

Achter Abschnitt.

Proben auf Antimon.

§. 86. Allgemeines 402
Zweck der Proben 402.

§. 87. Proben auf Schwefelantimon 402
1. Saigerprobe. Theorie 402. Verfahren 402.
2. Probe auf nassem Wege. Verfahren 404.

§. 88. Proben auf metallisches Antimon . . . 404
Allgemeines 404. Röstreductionsprobe 405. Niederschlagsprobe 406. Levol's Modification durch Schmelzen mit Cyankalium und Blutlaugensalz 407.

Neunter Abschnitt.

Proben auf Wismuth.

§. 89. Allgemeines 408
Wismutherze 408.

§. 90. Probierverfahren für gediegen Wismuth . . 408
Saigermethode 408.

§. 91. Probierverfahren für Wismuthglanz und Wismuthocher mit oder ohne gediegen Wismuth . . . 409
Verfahren 409. Bestimmung eines Zinn-, Blei- und Kupfergehalts im Wismuth 409.

Zehnter Abschnitt.

Proben auf Zink.

§. 92. Allgemeines 410
Zinkerze 410. Zinkhüttenproducte 411.

Erstes Kapitel

Proben auf trockenem Wege.

§. 93. Destillationsprobe 411
Theorie 411. Verfahren für oxydische Erze 412. Verfahren für silicierte Erze 414. Verfahren für geschwefelte Erze 415.

§. 94. Indirecte Zinkbestimmung 416
Berthier's Methode 416. Plattner's Verbesserungen 416.

Zweites Kapitel.

Proben auf nassem Wege.

§. 95. Indirecte Zinkbestimmung 419
Schmidt's Methode 419.

§. 96. Titriermethoden 419
1. Verfahren von Schwarz 419. 2. Schaffner's Methode 420.

Elfter Abschnitt.

Proben auf Zinn.

§. 97. Allgemeines 421
Erze 421. Proben auf trockenem und nassem Wege 422.

§. 98. Proben für reinen Zinnstein 422
Verfahren 422.

§. 99. Proben für Zinnstein mit viel erdigen Beimengungen 423
Verfahren 423.

§. 100. Proben für Zinnstein mit viel metallischen Beimengungen 424
Allgemeines 424. Schlämmen 424 Rösten 424. Digerieren mit Säure 426. Reducierendes Schmelzen 428.

§. 101. Proben für siliciertes Zinnoxyd 431
Allgemeines 431. Verfahren 431.

§. 102. Probe für Legierungen von Zinn und Blei . . 432
Verfahren 432.

Zwölfter Abschnitt.

Proben auf Nickel.

§. 103. Allgemeines 433
Proben auf trockenem und nassem Wege 433.

Pag.

04. Plattner's Nickelprobe auf trockenem Wege . 434

Geschichtliches 434. Theorie 434. Operationen: Rösten 435. Arsenicieren 437. Vereinigung der gebildeten Arsenmetalle zu einem Korne bei gleichzeitiger Ausscheidung des Wismuths, Bleies und Antimons, sowie der Verschlackung erdiger Bestandtheile 438. Abscheidung des Arseneisens und des Zinks von den Arsenmetallen des Kobalts, Nickels und Kupfers durch ein oxydierendes und solvierendes Schmelzen mit Borax auf dem Gaarscherben 440. Verflüchtigung des bei den Arsenmetallen noch vorhandenen überschüssigen Arsens 441. Bestimmung des Kobaltgehaltes 442. Bestimmung des Nickel- und Kupfergehaltes 444.

05. Bestimmung des Nickelgehaltes auf nassem Wege 445

Methode von Phillips 445. Modification der Phillipsschen Methode 451.

Dreizehnter Abschnitt.

Proben auf Kobalt.

06. Allgemeines 451

Erze 451. Zweck der Proben 452.

Erstes Kapitel.

Bestimmung der Menge des aus einem Erze, einer Speise &c. darstellbaren Kobaltoxydes.

07. Plattner's Methode auf trockenem Wege . 453

08. Methode auf nassem Wege 453

Verfahren 453.

09. Colorimetrische Kobaltprobe 455

Verfahren 455.

Zweites Kapitel.

Proben auf Blaufarbenglas.

10. Allgemeines 457

Blaufarbenglas 457. Zweck der Smalteproben 457. Tingierende Kraft des Kobaltoxydes 458. Schönheit der Farbe 459. Rösten 459. Probierverfahren 460. Freiberger Methode 463.

Vierzehnter Abschnitt.

Proben auf Chrom.

§. 111. Allgemeines 4

Benutzung der Chromerze 464.

§. 112. Chromprobe 4

Ermittelung des Chromoxydgehaltes im Chromeisenstein 465.

Fünfzehnter Abschnitt.

Prüfung des Braunsteins.

§. 113. Allgemeines 4

Benutzung der Manganerze 470. Manganerze 470. Handelswerth eines Manganerzes 471.

Erstes Kapitel.

Ermittelung der Sauerstoff- oder der Chlormenge, welche ein Manganerz resp. mit Schwefelsäure oder aus einer chlorhaltigen Substanz zu entwickeln vermag.

§. 114. Fikentscher's Methode 4

Verfahren 473. Theorie 475. Vorsichtsmassregeln 476. Genauigkeit 477.

§. 115. Fresenius-Will'sche Methode . . . 4

Theorie 478. Verfahren 478. Mohr's Modification 478.

§. 116. Graham's Methode 4

Theorie 479. Verfahren 480.

§. 117. Hempel's Titriermethode 4

Theorie 482. Verfahren 483. Sonstige Methoden 484.

Zweites Kapitel.

Ermittelung des zur Zerlegung eines Manganerzes erforderlichen Säurequantums.

§. 118. Säurebestimmungsmethoden 4

Allgemeines 485. Kohlensaure Salze 485. Eisenoxyd 485. Ermittelung der erforderlichen Säuremenge 486.

Sechszehnter Abschnitt.

Proben auf Arsen.

§. 119. Allgemeines 4

Pag.

Erze 486. Producte der Arsenhütten 487. Zweck der dokimastischen Proben 487. Probe auf nassem Wege 488.

120. Dokimastische Probe auf die technisch darstellbare Arsenmenge 489
Allgemeines 489. Verfahren 489.

21. Dokimastische Probe auf die technisch darstellbare Menge arseniger Säure 491
Allgemeines 491. Verfahren 491.

22. Dokimastische Probe auf Arsensulphuride . . 494
Allgemeines 494. Zweck der Proben 495. Producte der Arsenhütten 496. Probierverfahren 497.

Siebenzehnter Abschnitt.

Proben auf Schwefel und auf Rohstein.

23. Dokimastische Untersuchung der Schwefelerze . 498
Erze 498. Destillierprobe 499. Indirectes Verfahren 500. Werthbestimmung eines Erzes für die Schwefelsäurefabrication 501.

24. Ausmittelung des in rohen oder gerösteten Erzen und Hüttenproducten enthaltenen Schwefelgehaltes 502
A. Verfahren auf trockenem Wege (Rohstein- oder Lechprobe). Zweck der Probe 502. Verfahren 503. Werth der Lechprobe 505.
B. Titriermethode. Allgemeines 507. Verfahren 507.

Achtzehnter Abschnitt.

Dokimastische Untersuchung der Brennmaterialien.

25. Allgemeines 508
Eigenschaften der Brennstoffe 508. Zweck der dokimastischen Proben 510.

26. Untersuchung des äusseren Ansehens eines Brennmaterials, Grad der Lockerheit oder Dichtigkeit, Bruchansehen, Grösse und Form der einzelnen Stücke &c. 513
Allgemeines 513.

27. Bestimmung des adhärierenden Wassergehaltes . 514
Einfluss eines Wassergehaltes 514. Verfahren 514.

§. 128. Bestimmung des specifischen Gewichtes . .
Abhängigkeit desselben 514. Bestimmungsweise 515.

§. 129. Bestimmung des absoluten Wärmeeffectes (Brennkraft) . . . . . .
Werth eines Brennstoffs 515. Bestimmung des absoluten Wärmeeffectes nach Rumford 516, nach Laplace 517, nach Karmarsch 517, nach Marcus Bull 517, mittelst der Elementaranalyse 518, nach Berthier 518, Forchhammer's Modification des Berthier'schen Verfahrens 522, Reduction der Bleimengen auf Wärmeeinheiten 523, Correction wegen eines Wassergehaltes 523, Correction wegen eines Schwefelgehaltes 524, Wärmeverlust durch Verkohlung 524.

§. 130. Bestimmung des specifischen Wärmeeffectes .
Begriff 525. Verfahren 525.

§. 131. Bestimmung des pyrometrischen Wärmeeffectes (Heizkraft) . . . . . .
Allgemeines 526.

§. 132. Bestimmung der aus einem rohen Brennmaterial darstellbaren Kohlenmenge und Untersuchung der Beschaffenheit der gewonnenen Kohle . .

§. 133. Bestimmung der flüchtigen Bestandtheile . .
Allgemeines 529. Verfahren 529.

§. 134. Bestimmung eines Schwefelgehaltes . . .
Allgemeines 530. Verfahren 530.

§. 135. Bestimmung des Aschengehaltes . . .
Allgemeines 531. Verfahren 532. Ermittelung eines Phosphorgehaltes 532.

§. 136. Bestimmung der übrigen Eigenschaften, welche ein Brennmaterial beim Verkohlen und Verbrennen zeigt . . . . . .
Allgemeines 532.

§. 137. Holz und Holzkohle . . . . . .
Chemische Zusammensetzung 533. Aschengehalt 534. Absoluter Wärmeeffect 534. Verkohlung 534. Zusammensetzung der Holzkohlen 535. Aschengehalt derselben 535. Absoluter Wärmeeffect 536.

§. 138. Torf und Torfkohle . . . . . .
Allgemeines 536. Zusammensetzung des Torfes 536.

Pag.

Verkohlung 537. Aschengehalt 537. Absoluter Wärmeeffect 538.

139. Braunkohlen und Braunkohlencokes . . . 538
Zusammensetzung 538. Absoluter Wärmeeffect 539.

140. Steinkohle und Cokes 539
Steinkohlenarten 539. Zusammensetzung 541. Aschengehalt 541. Cokes 542. Absoluter Wärmeeffect 542.

Nachträge.

Zu pag.

2. u. 157. Proben auf trockenem und nassem Wege .

86. Büretten . . . . . .

107. Genauigkeit der Huss'schen (österreichischen) Salpeterprobe . . . . . .

112. Auffindung von Natronsalpeter im Kalisalpeter

115. Bereitung von chemisch reinem Kochsalz .

116. Colorimetrische Proben . . . . . .

Bleiproben.

167. Vergleichung der verschiedenen Proben zur dokimastischen Bestimmung des Bleies in ihrer Anwendung auf verschiedenartige Producte .

177. Levol's Schmelzprobe mit Blutlaugensalz und Cyankalium . . . . . .

183. Beschickung der Bleiproben zu Schemnitz .

Kupferproben.

198. Beschickung der Kupferproben zu Schemnitz .

220. Fleitmann's Kupferprobe . . .

233. Heine's colorimetrische Kupferprobe . .

237. Titriermethode mit Cyankalium . . .

Eisenproben.

257. Auffindung von Titansäure und Vanadinsäure in Eisensteinen . . . . . .

Pag.

pag.

Silberproben.

5. Beschickungen der Silberproben beim k. k. Hauptprobieramt zu Schemnitz 552
8. Verfahrungsweise zur Vermeidung bedeutender Silberhaltsdifferenzen specifisch leichter Probemehle 553
8. Silberverlust in Rücksicht auf die angewandte Bleimenge beim Cupellieren 554
0. Gay-Lussac's Silberprobe 554

Goldproben.

3. Goldprobe mit dem Sichertrog 556
7. Beschickungen für Goldsolutionsmehle zu Schemnitz 557

Wismuthproben.

0. Bestimmung eines Wismuthgehaltes im Blei . . . 557

Zinkproben.

. Titrierproben nach Kieffner, Schaffner und Schwarz 558

Anhang.

I. Schmelzbarkeit verschiedener Silicate . . 560
II. Zusammenstellung der Wärmeeffecte von Brennmaterialien, der verschiedenen Grade des Glühens und der Schmelzpuncte von Metallen und Hüttenproducten 572
III. Atomgewichte und specifische Gewichte der einfachen Körper 573
Register 575

Repertorium zu den Figurentafe

Tafel I. Fig. 1—17.

Fig.

1—3 Waagebalkenconstruction 11.
4. Analytische, auch Kornwaage 12.
5. Kornwaage (Löthrohrprobierwaage) 15.
6. Vorwaage (Waage für Eisensteinsproben zu Fahlun) 15, 1
7. Apothekerwaage 16, 108.
8. Mohr's Wägeschiffchen von Messingblech 17.
9. Wägeschiffchen von Porzellan 17.
10. Ein Cubiccentimeter in natürlicher Grösse 20
11. Ein Decimeter » » » 21.
12—15. Transportabler Muffelofen aus Eisenblech ohne Rost 27.
16—17. » » » Thonplatten » » 28, 1
18—21. Schlesischer Muffelofen für Cokesfeuerung 29, 69.

Tafel II. Fig. 22—37.

22—25. Holzkohlenmuffelofen mit eiserner Muffel und mit Rost 28,
26—33 Plattner's Steinkohlenmuffelofen 31.
34. Wind-, Zug- oder Tiegelofen mit Fuchs und Esse 36, 39
35—36. Desgleichen mit Dom 37, 43, 44, 54, 79.
37. Plattner's Steinkohlenzugofen 41.

Tafel III. Fig. 38—74.

38—40. Idrianer Quecksilberdestillierofen 43, 397, 412.
41. Aufsatzring von Eisenblech 44.
42. Sandcapelle 45.
43—44. Seffström's Gebläseofen 48, 247.

Fig.
45—46. Tiegelofen mit Gebläse 51, 248.
47. Hessischer Tiegel als Gebläseofen 52.
48. Küchenfeuer zum Digerieren &c. 52.
49. Kohlenfeuer zum Digerieren &c. 53, 364.
50. Goldprobenstativ 53, 364.
51. Becherglas zum Filtertrocknen 54.
52—53. Wasserbäder 54, 514.
54—55. Exsiccatoren 55.
56—57. Luftbäder 55, 514.
58. Skizze von einem Probierlaboratorium 59.
59. Capelle 59, 301.
60. Mönch und Nonne zum Capellenschlagen 66.
61. Freiberger Röstscherben 73, 195.
62. Mansfelder » 37, 195.
63 Harzer Ansiede- und Gaarscherben 73.
64—65. Freiberger Gaarscherben 74, 177, 204, 440.
66. Oberharzer Bleischerben 74, 169, 177 b, 311, 460, 521.
67. Freiberger Blei- und Kupfertute 74, 177, 183, 199, 521, 428.
68. Hessische Kupfertute 75, 183, 199, 428.
69. » Eisentute 75, 76, 181, 246.
70. Schwedische Eisentute 50, 75, 181, 247.
71. Englische Eisentute 75.
72—74. Kohlenbohrer 76.

Tafel IV. Fig. 75—102.

75. Mönch und Nonne zur Fabrication von Probiertiegeln 78.
76. Kohlencapelle 81, 441.
77. Cokescapelle 81, 441.
78. Gusseiserne Reibschale 82.
79. Desgl. 82, 196.
80. Stahlmörser 82, 186, 249, 439
81. Beutelsieb 83.
82. Probierkluft mit geraden Enden 83, 291.
83. » » krummen » 83, 291.
84. Gabelkluft 83, 291.
85. Tiegelzangen 83, 247.
86. Kühleisen 83, 302, 328.
87. Digerierkolben 84, 363.
88. Liebig's Kühlrohr 85, 396.
89. Gasentwickelungsflasche 85.

Fig.
90. Gasentwickelungsflasche 85, 449.
91. Desgl. 85, 449.
92. Fällungsgefäss 86, 449.
93. Mohr's Quetschhahnbürette 87, 239.
94. » Quetschhahn 87.
95. Bürette 87, 111, 239, 275, 341.
96. Pipetten 87.
97. Mengkapseln 88, 246.
98. Fresenius' und Will's Kohlensäureapparat 98, 478.
99. Mohr's Kohlensäureapparat 99.
100. Einfacher Kohlensäureapparat 99, 478.
101. Berzelius' Spirituslampe mit doppeltem Luftzuge 147.
102. Spirituslampe mit doppeltem Luftzuge und mit Sturzflasche

Taf. V. Fig. 103—122.

103. Tiegelzangen 147.
104. Spirituslampe mit doppeltem Luftzuge und mit der Plattnerschen Spinne 148.
105. Filtriergestell 156.
106. Spritzflaschen 156.
107. Auswaschflasche 156.
108—113. Apparate zu Gay-Lussac's Silberprobe 332, 333, 335, 336, 337, 339.
114. Formen von Goldplättchen 362.
115—120. Goldproben-Laboratorium in der Pariser Münze 373, 374.
121—122. Muffelofen in der Pariser Münze 29.

Zusätze und Berichtigungen.

lle 2 v. u. statt "Fahlen" lies "Fahlun".

4 v. o. statt "Millimeter" lies "Milligramm".

5 v. u.: Plan und Kostenanschlag von einem Probierlaboratorium von M. Barre in: Bulletin de la Société de l'industrie minérale. St. Étienne. Tome I., livr. 2, pag. 221, 1855.

Leithner's System für das Probierwesen und die Ausgleichung der Kupferproben bei allen Schmelzhütten der oberungarischen Waldbürgerschaften 1853. Österr. Zeitschr. 1856, Nr. 52.

16 v. o. statt "Soda" lies "Glaubersalz".

558. Max Schaffner's Zinkprobe gab mir, wie bereits 558 gegen Mohr's Bemerkungen darüber angeführt ist, stets die erwünschten Resultate, wenn vorschriftsmässig verfahren wurde. Nach Schaffner (Berg- und hüttenmännische Zeitung 1857, Nr. 5, pag. 42), hat Mohr wahrscheinlich einen dicken Brei von Schwefelzink erzeugt und dabei noch gehörig geschüttelt, in welchem Falle allerdings nichts zu sehen ist. Schaffner fügt deshalb folgende Vorsichtsmassregeln hinzu: Bei der Ausführung der Analyse nehme man darauf Rücksicht, dass die ammoniakalische Zinklösung nicht zu concentriert ausfalle, weil dann das gebildete Schwefeleisen aus der dicken Masse von Schwefelzink sich nicht zu Boden setzen kann. Wird d klösung verdünnt und die Eisenchlori rt angewandt, so ist die Abscheic

deutlich. Ferner darf die Flüssigkeit im Kolben nicht gesch
werden, sondern durch geschicktes Drehen wird beim Eing
des Schwefelnatriums der Inhalt des Kolbens in rotier
aber nicht in schüttelnde Bewegung gebracht.

Die Methode ist in Ausführung bei sämmtlichen H
werken der Vieille Montagne, auf vielen schlesischen Zinkh
in Stolberg bei Aachen &c.

Einleitung.

r metallurgischer oder berg- und hüttenmänni- Begriff von
r Probierkunst begreift man vorzugsweise die Kenntnis, Probierkunst.
e auch die Anwendung der Mittel und Wege, diejenigen
alien und Erzeugnisse, mit denen sich vorzüglich Bergbau
Hüttenbetrieb beschäftigen, in kürzester Zeit auf ihre Ge
an solchen Körpern zu untersuchen, deren Vorhandensein
Gewinnung und Benutzung gewöhnlich veranlasst.

Inbegriff dieser Lehren wird auch wohl Dokimasie[1])
, einer der originellsten, sinnreichsten Zweige der ana-
) Chemie.

r Probierkunst verdankt die analytische Chemie zum Unterschied
ire Entstehung;[2]) beide sind aber jetzt getrennt und jede zwischen Pro-
eine selbständige Kunst und Wissenschaft, die in ihren bierkunst und
n ganz wesentlich verschieden sind. Während die ana- analytischer
Chemie keinen Aufwand an Zeit und den kostspieligsten Chemie.
scheuen darf, um möglichst genau und wahr den Be-
nes Körpers zu ihren wissenschaftlichen Forschungen zu
, hat die Probierkunst, welche ihre Untersuchungen zu
en Zwecken unternimmt, wesentlich auf den Aufwand
und Mitteln Rücksicht zu nehmen; sie opfert dieser
l in sehr vielen Fällen den höheren Grad von Genauig-
Wahrheit auf, welcher durch die Analyse zu erzielen

[1]) Abgeleitet von *δοκιμάζειν*, sehen ob etwas l rüfen.
[2]) Kopp, Geschichte der Chemie. II, 36.

steht. Die Analyse will ausserdem gewöhnlich die gesammten Bestandtheile eines Körpers quantitativ ermitteln, die dokimastische Probe hingegen nur die Menge eines oder einiger dieser Bestandtheile.

Fortwährendes Ziel bleibt es für die Probierkunst, die Menge dieser sie vorzugsweise interessierenden Bestandtheile mit derselben Schärfe und Wahrheit zu ermitteln, wie dieses von der analytischen Chemie oder überhaupt nur geleistet werden kann; doch darf sie, wenn sie ihrem Zwecke, das tägliche Bedürfnis des Bergbaues und Hüttenbetriebes zu befriedigen, entsprechen soll, nicht Wochen oder gar Monate erfordern, ehe sie die Resultate einer Untersuchung liefert.

Bergbau und Hüttenkunde haben stets von den Forschungen und Resultaten, welche die Chemie gab, Gebrauch gemacht und Nutzen gezogen; die Lehren, welche zur Anstellung der Proben oder Untersuchungen die Chemie in den ältesten Zeiten bot, wurden sämmtlich in der Probierkunst angewendet. Die Chemie ist weiter fortgeschritten, die Wege und Mittel für Untersuchungen haben sich erstaunlich vermehrt und verbessert. Der Name Probierkunst würde noch jetzt den gesammten Umfang dieser Mittel und Wege bezeichnen können, wenn man nicht demjenigen Theile derselben, welcher vorzüglich wissenschaftlichen Forschungen gewidmet ist, den Namen analytische Chemie beigelegt hätte.

Bergbau und Hüttenkunde bedürfen der Hülfe sowohl der analytischen Chemie als der Probierkunst. Eine völlig scharfe Grenze zwischen diesen beiden Wissenschaften lässt sich nicht ziehen; es ist zwar wahr, dass die Probierkunst weit mehr den sogenannten trocknen Weg, d. h. die Behandlung im Feuer, die analytische Chemie mehr den nassen Weg, d. h. die Lösung in Säuren &c., benutzt; doch lässt sich dieses nicht füglich als Unterscheidung aufstellen. Die Probierkunst und die analytische Chemie bilden beide einen Theil der allgemeinen angewandten Chemie.

Löthrohruntersuchungen.

Nach den Regeln, die für qualitative Löthrohruntersuchungen gelten, müssen von dem Probierer nicht selten entweder Vorarbeiten mit dem Probiergute oder Nacharbeiten und

Untersuchungen mit den ausgeschiedenen Körpern vorgenommen werden. Jeder Probierer muss sich daher hinlängliche Uebung in diesen Untersuchungen erwerben, zu denen die nachfolgenden Werke Anweisung geben:

Berzelius, die Anwendung des Löthrohrs in der Chemie und Mineralogie. 3. Auflage. Nürnberg 1837.

B. Kerl, Leitfaden beim Löthrohrprobierunterricht an der Bergschule zu Clausthal. Clausthal 1851.

J. Krüger, Leitfaden zu qualitativen Untersuchungen mittelst des Löthrohrs. Berlin 1852.

F. v. Kobell, Tafeln zur Bestimmung der Mineralien mittelst einfacher chemischer Versuche auf trockenem und nassem Wege. München 5. Auflage 1853.

Lenz, Löthrohrschule. Gotha 1848.

C. F. Plattner, die Probierkunst mit dem Löthrohre. 3. Auflage Leipzig 1853.

Th. Scheerer, Löthrohrbuch. Braunschweig 1851.

Löthrohruntersuchungen sind zwar keineswegs bei jeder Probe erforderlich, aber es können Zweifel über die allgemeine Beschaffenheit eines Probiergutes oder eines ausgeschiedenen Körpers entstehen, welche leicht durch das Löthrohr gehoben werden. Es ist in dem Nachfolgenden stets angenommen, dass in diesen Fällen das Löthrohr benutzt wird, und weder auf dessen Anwendung hingewiesen, noch eine Anleitung dazu gegeben.

Zweck d Probierer

Der technische Zweck, für welchen die Anfertigung einer Probe verlangt wird, kann sehr verschieden sein; gewöhnlich probiert man, entweder um durch das Resultat der Probe den Werth eines Erzes[1]), Materials &c., die Reinheit eines Metalles oder einer anderen Substanz kennen zu lernen, oder um eine tägliche Controle für den Hüttenbetrieb zu haben.

Den Ort, wo probiert wird, nennt man das Probierhaus oder Laboratorium, im Oesterreichischen auch wohl den Probiergaden.

---

[1]) v. Banto, Formeln zur Ermittelung des Er- und Verkaufswerthes von Erzen. Oesterr. Zeitschr. 1855. Nr. 38, 39, 42.

Ob das beim Probieren angewandte Verfahren mit der I
handlung und Gewinnung im Grossen gleich ist, Ähnlichk
hat oder nicht, ist im Allgemeinen für den Probierer gleichgül

Dagegen kann der Hüttenmann sehr viele seiner Operat
nen mit den ihm im Laboratorio zu Gebote stehenden Mitt
im Kleinen nachmachen und hierdurch für die Wahl seiner I
schickungen und Auschläge, für den möglichen Ergang u
Erfolg seiner Arbeiten &c. sehr oft äusserst erwünschte A
schlüsse erhalten. Auch zur Anstellung hüttenmännischer V
versuche für neue Betriebswege eignen sich oft dergleich
Arbeiten. Sie sind für jeden Hüttenbetrieb sehr zu empfehl
doch darf man bei den Schlüssen von den Resultaten derartig
Versuche im Kleinen auf die des grossen Betriebes nur
äusserster Umsicht verfahren, da die stets vorhandenen versch
denen Nebenverhältnisse die Resultate wesentlich verändern könn
Der Hüttenmann muss bei Anstellung dieser Versuche gele
werden durch die Kenntnis der allgemeinen Chemie, durch
Natur und Beschaffenheit der in der bestimmten Localität v
liegenden Erze und Mineralien, sowie durch seine genaue
kanntschaft mit den gesammten Mitteln und Wegen, welche
Probierkunst und Hüttenkunde bieten. Eine Anleitung zur
stellung dieser Versuche ist daher im Allgemeinen nicht Geg
stand der Probierkunst, sondern letztere nur eine Hülfswiss
schaft für diese Versuche.

Dokimastische Literatur.

Die eigentliche Literatur der Probierkunst beginnt
Agricolas Schriften. Agricola ist keinesweges der Erfin
der dokimastischen Wege, deren Ursprung zum Theil eber
wenig nachgewiesen werden kann, wie die älteste Entsteh
und Ausbildung der hüttenmännischen Operationen; aber er
der erste Sammler und Erzähler derjenigen, welche damals
kannt waren. Er hat jedoch manchen Weg verbessert o
neue hinzugefügt. Er schrieb

G. Agricola de re metallica Libr. XII. Basil. 1546. Eine deut
Uebersetzung erschien von E. Lehmann. Freiberg 1812.

Von den später erschienenen Schriften über Probierkunst v
dienen vorzugsweise genannt zu werden:

Modestin Fachsens Probierbüchlein. 1567.

Lazarus Erker, Beschreibung aller führnehmsten mineralischen Erzt- und Bergwerksarten, wie dieselben auf alle Metalle probiert werden sollen. Frankfurt a. M. 1629.

Diese beiden Werke enthalten schon viel noch heute Brauchbares.

David Beuther schrieb: Zwei rare chymische Traktaten, darinnen alle Geheimnisse der Probierkunst, derer Erze und Schmelzung derselben, Leipzig 1717, und zeigt sich darin als wissenschaftlich gebildeter Probierer.

Barba, Docimasie oder Probier- und Schmelzkunst. Aus dem Französ. von Mathiä Godas. Wien 1749.

Johann Andreas Cramer, Anfangsgründe der Metallurgie. 3 Thle. Blankenb. und Quedlinb. 1774. Ein für seine Zeit ganz ausgezeichnetes Werk.

Schlüter hat ebenfalls in seinem vollständigen Probierbuche, 1738, welches als Anhang zu seinem „Gründlichen Unterricht von Hüttenwerken" erschien, sehr viel Gutes geliefert.

K. E. Gellert, Anfangsgründe der Probierkunst, als zweiter Theil seiner metallurgischen Chemie, worinnen verschiedene neue Arten zu probieren gezeigt werden. Leipzig 1755.

Gmelin, chemische Grundsätze der Probier- und Schmelzkunst, als Anhang zu dessen Grundsätzen der technischen Chemie. Halle 1786. Das Buch zeichnet sich durch gute Anordnung und durch die in ihm entwickelte grosse Belesenheit des Verfassers aus.

Sage, Kunst Gold und Silber zu probieren. Reval 1782. (Nach Sage, l'art d'essayer l'or et l'argent. Paris 1780).

Vauquelin, Handbuch der Probierkunst. Aus dem Französ. übersetzt von Wolf und mit Anmerkungen von M. H. Klaproth. Königsb. 1800. Es enthält gar nichts über Erzproben, sondern nur die Gold-, Platina-, Silber- und Kupferproben, in so weit solche namentlich für Münzen in Betracht kommen; aber es ist sehr ausgezeichnet und noch heute sehr brauchbar.

Lampadius hat, zerstreut in seinen hüttenmännischen Schriften und Abhandlungen, einzelne Beiträge zur Probierkunst geliefert.

Chemisches Handbuch für Probierer, Gold- und Silberarbeiter von Strathingh; aus dem Holländischen übersetzt von J. H. Schultes. Augsburg und Leipzig. (Ohne Jahrszahl in der von Jenisch u. Stageschen Buchhandlung.)

Ch. F. Hollunder, Versuch einer Anleitung zur mineralurgischen Probierkunst auf trockenem Wege. Nürnberg 1826–27. Der erste Theil enthält eine ausführliche Zusammenstellung der Literatur der Probierkunst; der zweite Theil verdient noch jetzt studiert zu werden, wo-

gegen der dritte Theil, ohne etwas Wesentliches zu leisten, nur ein ungestümen Drang nach Fortschritt und Verbesserung zeigt.

Fr. Joice, practische Anleitung zur chemischen Analytik und Probier kunst, oder Grundzüge der mineralogischen Chemie. Aus dem Eng mit Anmerkungen von J. Waldauf v. Waldenstein. Wien 182

Karsten hat in der vierten Abtheilung (Bd. II. §. 381 &c.) seines Sy stems der Metallurgie, Berlin 1831, eine vorzügliche Beschreibun der beim Probieren zu befolgenden Wege gegeben und solche mi kritischen und erläuternden Bemerkungen vorgetragen.

Gay-Lussac, vollständiger Unterricht über das Verfahren, Silber au nassem Wege zu probieren. Aus dem Französ. übersetzt vom Prof Dr. Just. Liebig. Braunschweig 1833. Das Werk enthält den wich tigsten Fortschritt, den die Probierkunst in neuester Zeit gemacht ha

Plattners schon oben angeführte Probierkunst mit dem Löthrohr enthä auch die Beschreibung der Mittel und Wege, Mineralien, Erze, Hüt tenproducte &c. quantitativ auf Silber, Gold, Kupfer, Blei und Zin zu untersuchen. — Diese Löthrohr-Probierkunst muss als ein beson derer, oft sehr nützlicher Zweig der Probierkunst angesehen werden sie wurde erst durch Harkort und Plattner ins Leben gerufen

Berthier hat in seinem Traité des essais par la voie sèche, Paris 183 (mit eigenen Erfahrungen und Zusätzen vermehrt und übersetzt v C. Kersten unter dem Titel

Handbuch der metallurgisch-analytischen Chemie 2 Bd Lpz. 1835), ein Werk geliefert, welches eifrig studiert zu werde verdient wegen seines Reichthums an neuen Beiträgen und Fort schritten für die Probierkunst. Kersten hat den Werth des Buche durch seine Bearbeitung merklich erhöht. Besonderes Lob verdiene noch die literarischen Nachweisungen, welche derselbe über die ein zelne Metalle betreffenden Abhandlungen gegeben hat.

Eine minder vorzügliche Übersetzung des Werks von Berthi erschien unter dem Titel

Handbuch der Probierkunst auf trockenem Wege von P. Berthie Deutsch bearbeitet von C. Hartmann. Nürnberg 1834.

Die Probierkunst, ein unentbehrliches Handbuch für Münzwardeine, Gold und Silberarbeiter, Gürtler, Gelbgiesser &c. Nach „Chaudet l'art l'essayeur", deutsch bearbeitet von Carl Hartmann. Weimar 183 Ist zu empfehlen; es haben sich jedoch einzelne sinnentstellen Irrungen eingeschlichen.

A. Wehrle, Lehrbuch der Probier- und Hüttenkunde. Wien 184 enthält gute Beschreibungen des gewöhnlichen Probierverfahre verdient gekannt und benutzt zu werden.

B. Kerl, Handbuch der metallurgischen Hüttenkunde. (3 Bände in 4 Theilen. Freiberg 1855.) Im 2. und 3. Bande sind bei Abhandlung der einzelnen Metalle die gebräuchlichsten Proben auf trockenem Wege, mittelst titrierter Flüssigkeiten und mittelst des Löthrohrs beschrieben worden.

Fr. Overmann, a treatise on metallurgy. New-York 1852. p. 150—252.

John Arthur Phillips, a manual of metallurgy. London 1852. Bei Abhandlung der einzelnen Metalle sind die Probiermethoden dafür angegeben.

Für die Theile seiner Wissenschaft, welche sich der analytischen Chemie anschliessen, findet der Probierer die vollständigste Belehrung in

H. Rose, ausführliches Handbuch der analytischen Chemie. 2 Bände. Braunschweig 1851.

Fresenius, Anleitung zur qualitativen chemischen Analyse. Braunschweig 1852.

Fresenius, Anleitung zur quantitativen chemischen Analyse. Braunschweig 1845.

Rammelsberg, Anfangsgründe der quant.-mineralog. und metallurg.-analyt. Chemie. Berlin 1845.

Wöhler, prakt. Übungen in der chemischen Analyse. Göttingen 1853.

Richter, Leitfaden zum Unterricht in der quant.-analyt. Chemie. Freiberg 1853.

Will, Anleitung zur chemischen Analyse nebst Tabellen. 3. Aufl. 1854.

Schwarz, prakt. Anleitung zu Massanalysen. Braunschweig 1853.

Mohr, Lehrb. der chem.-analyt. Titriermethode. Braunschweig 1855.

Bolley, Handbuch d. techn.-chem. Untersuchungen. Frauenfeld 1853.

Chemische Operationen und Geräthschaften nebst Erklärung chemischer Kunstwörter in alphabetischer Ordnung von Berzelius. Im Deutschen herausgegeben von Wöhler. Dresd. u. Lpz. 1841. (Bildet auch den 10ten Band des Lehrbuchs der Chemie von Berzelius übersetzt von Wöhler. 3te Auflage)

Hülfswissenschaften.

Zum Studium der Probierkunst ist die Kenntnis der allgemeinen unorganischen Chemie unerlässlich; gut ist es, ein Studium der analytischen Chemie und der Hüttenkunde damit zu verbinden. Besonders ist jedoch dem angehenden Probierer die Erwerbung einer sehr genauen und speciellen Kenntnis der chemischen Eigenschaften [illegible]ien Körper, welche ihn vorzugsweise interessiren, Verbindungen, zu empfehlen.

Die theoretische Kenntnis der Lehren der Probierkunst genügt allein nicht und der Anfänger muss sich fleissig in den verschiedenen Arbeiten üben, sorgfältig die Wirkung der verschiedenen zu Gebote stehenden Öfen, Flüsse &c. erforschen; und vor allem ist ihm eine bis ins kleinste Detail beobachtete Genauigkeit, Ordnung und Reinlichkeit zu empfehlen, weil nur hierdurch Zeitverlust und Irrthümer vermieden werden.

Erste Abtheilung.

Propädeutik.

der

berg- und hüttenmännischen Probierkunst.

Erster Abschnitt.

Waagen und Gewichte.

§. 1. Waagen.

Ohne genaue Waagen und Gewichte und ohne richtigen Gebrauch derselben ist kein Probieren möglich, da durch sie in letzter Instanz über den eigentlichen Gehalt des Probierguts entschieden werden soll. Eigensch einer g Waa

Die Güte einer Waage hängt von ihrer Richtigkeit und ihrer Empfindlichkeit ab.

1) Die Richtigkeit einer Waage erfordert die Erfüllung nachstehender Bedingungen:

a. Die Drehungsaxe oder der mittlere Aufhängepunkt der Waage muss über ihrem Schwerpunkt liegen. Fallen beide Punkte zusammen, so würde die Waage nicht schwingen, und es wäre ein Wägen unmöglich. Liegt der letztere Punkt über dem ersteren, so schlägt der Waagebalken bei der geringsten Belastung zur Seite, ohne in seine ursprüngliche Stellung zurückzukehren.

b. Die Drehungsaxe des Waagebalkens muss mit den Aufhängepunkten der Waagschalen in einer Ebene liegen. — Denn gesetzt, es liegen diese Suspensionspunkte A und B Fig. 1 unter dem Aufhängepunkte O, und C bezeichne den Schwerpunkt des unbelasteten Waagebalkens, so wird bei einer Belastung der Schwerpunkt immer tiefer unter O gerückt und dadurch die Waage immer träger werden.

Liegen A und B Fig. 2 dagegen höher als C, so rückt bei einer Belastung der Schwerpunkt C zwar anfänglich näher an O und die Waage kann dadurch empfindlicher werden, aber bei grösserer Belastung wird der Schwerpunkt mit dem Aufhängepunkte zusammenfallen oder darüber hinausgehen und in beiden Fällen wird die Waage unbrauchbar. Liegen dagegen A und B Fig. 3 mit O in derselben geraden Linie, so wird bei einer Belastung zwar immer C näher an O gerückt, kann aber natürlich nie damit zusammenfallen.

Wäre keine Reibung vorhanden, so würde bei dieser Einrichtung die Waage immer empfindlicher werden, je mehr sie belastet würde, weil dadurch C immer näher an O tritt. Aber bei den besten Waagen lässt sich die Reibung nicht so weit beseitigen, dass nicht die Waagen bei grosser Belastung weniger empfindlich werden. Man kann jedoch hieraus sehen, wie vortheilhaft es ist, bei der Construction der Waagen die Reibung möglichst unbedeutend zu machen.

c. Die Arme der Waage müssen gleich lang sein, weil bei ungleichen Armen und gleicher Belastung dieselbe nach der Seite des längeren Armes ausschlagen würde.

d. Der Waagebalken muss hinreichend fest und steif sein, um, ohne sich zu biegen, das Maximum der Belastung tragen zu können. Bei einem Biegen desselben kommen die Aufhängepunkte der Schalen unter die Drehungsaxen zu liegen. Durchbrochene Waagebalken (Tafel I. Fig. 4.) in Gestalt eines gleichschenkligen, stumpfwinkligen Dreiecks, oder eines Rhombus geben mehr Sicherheit, als aus einem Stücke hergestellte Waagebalken.

2) Die Empfindlichkeit einer Waage ist durch folgende Umstände bedingt:

a. Der Schwerpunkt der Waage muss der Drehungsaxe des Waagebalkens möglichst nahe liegen, wie aus dem sub 1. b. Gesagten hervorgeht.

b. Die Reibung der Schneiden auf ihren Pfannen muss möglichst gering sein, und ist dieselbe hauptsächlich von der Form beider, so wie von dem Materiale, woraus sie verfertigt sind, abhängig. Am besten gehen Schneiden von

in Pfannen von Stein oder Stahl. Lassen die Endschneiden grössere Reibung zu, so wird die Waage leicht ungleich- g und unempfindlich. Die Endschneiden dürfen dem darauf nden Haken nicht zu viel Spielraum gewähren, weil sonst ungleicharmige Hebel entstehen.

c. Der Waagebalken muss möglichst leicht . Je grösser das Gewicht des Waagebalkens ist, um so ger wird eine auf beide Schalen aufgelegte gleiche Be- ng den Schwerpunkt dem Stützpunkt nähern, um so weniger vermehrte Reibung compensiert werden und um so unem- llicher die Waage sein.

In Bezug auf Empfindlichkeit muss man von jeder guten ierwaage verlangen, dass sie noch $^1/_{25000}$ des Gewichtes r und leicht angiebt, welches ihre höchste Belastung für n Waagearm bilden soll.

Das mechanische Gesetz einer gleicharmigen Waage spricht vollkommen in der Formel

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{rb}{ue}$$

wenn φ = dem Ausschlagewinkel bei einem Übergewichte = der Länge des Waagebalkens, u = dem Gewichte des gebalkens und e = der Enfernung des Schwerpunktes vom hängepunkte ist.

Prüfung einer Waage.

Um sich von der Richtigkeit einer Waage zu überzeugen, ügt es nicht, dass beim Aufziehen derselben der Waagebalken n einigen Schwankungen genau in horizontale Lage kommt sich die Zunge genau lothrecht stellt. Es ist dieses nur ein eis, dass sich beide Arme des Waagebalkens das Gleichge- ht halten; dessen ungeachtet kann ein Arm etwas kürzer und gegen schwerer in der Masse sein. Um von der gleichen ge der Arme des Waagebalkens überzeugt zu werden, muss Waage noch im Gleichgewichte bleiben, wenn man auf beide alen ein gleiches Gewicht legt, oder auch, wenn man Ge- hte und gewogene Masse, welche sich das Gleichgewicht en, auf den Waagschalen vertauscht.

Jede Probierwaage ist mit Schälchen mit oder ohne Stiel

zur Aufnahme des Abzuwiegenden versehen, die genau von gleicher Schwere sind, so dass sie beliebig, sowohl einzeln für sich als auch mit den Waagschalen zusammen gewechselt (umgeschalt) werden können, ohne dass dadurch das Gleichgewicht gestört wird.

Ist man auch durch diese Proben von der Richtigkeit der Construction der Waagen überzeugt: so darf man doch nicht versäumen, vor dem jedesmaligen Gebrauche derselben sich zu versichern, dass ihr Gleichgewicht nicht gestört ist; muss diese Prüfung auch mitunter wiederholen, wenn man längere Zeit fortarbeitet.

Nöthigen Falls hat man die Waage zu justieren und etwaigen Staub mit einem kleinen Haarpinsel oder durch Abwischen mit einem seidenen Tuche wegzunehmen.

Erforderliche Probierwaagen.

Im Allgemeinen bedarf der Probierer 3 Waagen, für ein verschiedenes Maximum des darauf zu Wiegenden eingerichtet.

a. Die Kornwaage, so construiert, dass sie bei Belastung von 1 Probiercentner (= 1 Quentchen Civilgewicht) auf jeder Waagschale noch $^1/_8$ Loth Probiergewicht, oder bei ungefähr 3,75 Gramm Belastung noch 0,1 Milligramm mit einem hinreichend deutlichen Ausschlage angiebt. (Kornwaagen, welche nur zu Goldproben dienen sollen, sind wohl noch für ein geringeres Maximum der Gesammtbeschwerung construiert.)

Sie steht, um sowohl jeden Staub als auch während des Gebrauchs jeden kleinsten Luftzug abzuhalten, unter einem Glasgehäuse, und ist es zweckmässig, die Waagschalen nicht an seidenen Schnüren, sondern an sehr feinen Platindrähten aufzuhängen, da dann jeder hygrometrische Einfluss auf die Schnüre beseitigt wird, auch ein Anhaften feiner Staubtheilchen wenigstens möglich ist.

Die Kornwaagen erhalten zweckmässig die Einrichtung der Plattnerschen Löthrohrprobierwaagen [1]), nur müssen

[1]) Plattner, die Probierkunst mit dem Löthrohre. 1853, pag. 33. — Herr Mechanikus Lingke in Freiberg fertigt eine solche Löthrohrwaage mit Gewichten zu dem Preise von 23 Thaler an. Eine Kornwaage mit Aufzug u. Gehäuse, 0,1 Milligr. angebend, kostet 38 Thlr., und eine Vor-, Schlieg- oder Einwiegwaage nebst Aufzug und Gestell 21 Thlr.

zur Tragung grösserer Gewichtsmengen fähig gemacht werden.
ne Löthrohrwaage (Taf. I. Fig. 5.), welche bei einer Belastung
n 2 Decigramm noch 0,1 Milligramm mit einem deutlichen
usschlage angiebt, hat nachstehende Einrichtung:

a bis b Scheere; c, d, e Leitscheiben, über welche eine
um Aufziehen der Waage dienende seidene Schnur geht, welche
mit dem einen Ende mit dem Aufzuge f der Waage und mit
dem anderen mit dem einen, auf dem Deckel befindlichen, um
eine Axe beweglichen Stifte in Verbindung steht, an welchem
ein Knopf g zum bequemen Anfassen angebracht ist; h ist ein
an einem messingnen beweglichen Arme befestigter Malerpinsel,
welcher zur Verhütung unnöthiger Schwingungen der Scheere
dient. i Waagebalken, an dessen Enden in Haken Schnüre be-
stigt sind, welche die Waagschalen tragen. Die Waage, welche
seinander genommen werden kann, ist mittelst einer Schraube
an einem starken Messingstab l befestigt, welcher in das Boden-
brett eingeschraubt ist. Die Pfannen, Nägel und Haken sind von
ahl, und die übrigen Theile grösstentheils von Messing gefer-
t und vergoldet.

Zweckmässig ruht eine Waage auf 3 Schrauben, um sie
rizontal stellen zu können.

Die auf den Oberharzer Hütten gebräuchlichen Waagen,
ren Zungen nach oben hin ausschlagen, haben folgende Di-
nsionen: Länge des Waagebalkens 8″ 10‴, Länge der Zunge
3‴, Länge der Waagschalenschnüre $6\frac{1}{2}$″, Durchmesser der
aagschalen 1″ 3‴, Durchmesser der Schälchen $\frac{3}{4}$″.

Es ist sehr bequem und zeitersparend, wenn der Waagebalken
e Decimaleintheilung hat, so dass mit Centigrammhäkchen
ligramme und deren Bruchtheile gewogen werden können.

b. Eine Vorwaage oder Einwiegewaage, welche bei
Probiercentner Belastung auf jedem Arme noch 1 Loth oder
etwa 30 Gramm Belastung wenigstens noch 3 Milligramm
utlich anzugeben hat. Sie genügt zu den Blei-, Zinn-, Kupfer-,
heisenproben &c., und ist zweckmässig mit einer Pinselvor-

sind für Roheisenproben
ihlernen Zapfen und

Lagern und von solcher Empfindlichkeit im Gebrauche, dass Milligramm deutlichen Ausschlag bewirkt. Der Waagebalken etwa 5″ Hannov. lang und in 10 Theile getheilt, so dass m mittelst Anhängens von Centigrammhäkchen Millimeter wäg kann. Die silbernen Waagschalen von 1½″ Durchm. hängen 3″ langen Schnüren.

Die auf den Oberharzer Hütten gebräuchlichen Vorwaag haben 9″ lange Waagebalken, Waagschalen von 2½″ Durchmess mit Schälchen von 1¾″ Durchmesser, die mit einem Stiele ve sehen sind; Zungenlänge 4¾″, Länge der Waagschale schnüre 7″ 1‴.

c. Eine gewöhnliche Handwaage, für die Belastun von ein oder mehreren Pfunden eingerichtet und mit verhältni mässiger Empfindlichkeit, dient zu den Nässproben, zum Abwiege des Salpeters und Weinsteins zum schwarzen Fluss, bei Schwefel antimonproben &c., und muss sich ihre Construction nach den a gewöhnlichsten vorkommenden speciellen Fällen richten. Letzter können auch noch sehr häufig eine 4te Waage verlangen, wel cher man zweckmästig die auf Taf. I. Fig. 7. dargestellte Gestal giebt. Sie muss bei grösserer Belastung noch kleine Gewichts theile hinreichend genau angeben und wird z. B. angewand bei Salpeterproben, Pottaschenproben &c.

Das Zimmer, in welchem die Waagen stehen, muss vor Luft zug geschützt sein, auch ist es für die Augen wenigstens unbe quem, wenn Sonnenlicht die Waage trifft, ausserdem könnte dadurch bei ungleicher Erwärmung einzelner Theile der Korn waage kleine Unrichtigkeiten entstehen.

Regeln beim Wägen.

Kein Körper darf während er noch heiss oder warm is gewogen werden, weil durch den an jedem heissen Körper auf steigenden Luftsstrom das Gewicht leichter erscheint, als e wirklich ist. Eben so wenig darf man einen Körper aus einen kalten Raum sogleich in einen wärmeren auf die Waage bringen weil sich dann Feuchtigkeit aus der Atmosphäre auf ihm nie derschlägt, und ihn so schwerer erscheinen lässt, als er wirklich ist. Um beim Wägen schnell und sicher zum Ziele zu gelangen muss man die Gewichte nach einer gewissen Reihenfolge auf legen, so dass man das zu ermittelnde Gewicht in immer enger

Grenze bringt, bis man es zuletzt genau hat. Es darf an der Waage, wenn sie nicht arretiert ist, keine Veränderung (Auflegen oder Abnehmen von Gewichten, Darauflegen von Probiergut &c.) vorgenommen werden, weil sie sonst bald verdorben wird.

Kann das Abwägen von Probiergut nicht direct in den Schälchen, welche auf den Waagschalen stehen, geschehen, so kann man den Gegenstand in einer mit einem Stöpsel verschlossenen Glasröhre auf der Waage ins Gleichgewicht bringen, dann eine beliebige zum Probieren bestimmte Menge ins Probiergefäss &c. schütten und den Gewichtsverlust der Röhre bestimmen. Auch können zum Abwiegen Schiffchen von sehr dünnem Messingblech (Taf. I. Fig. 8.) oder Porzellan (Taf. I. Fig 9.) dienen.

Dem angehenden Probierer ist die sorgsamste Behandlung der Waagen um so dringender zu empfehlen, da durch nachlässige Behandlung auch die beste Waage leicht verdorben wird. Jede gewaltsame Erschütterung derselben ist schädlich, namentlich aber sind sie vor Staub, Feuchtigkeit und noch mehr vor allen sauren Dämpfen zu schützen, da sie dadurch sicher rosten, ihr gutes Ansehen verlieren, besonders aber leicht unrichtig und fauler werden können.

§. 2. Gewichte.

Die Gewichte pflegen dieselbe Eintheilung zu haben, welche das Landesgewicht besitzt, sind aber stets in sehr verjüngtem Massstab angefertigt.

Die Substanz, aus welcher die Gewichtstücke hergestellt werden, ist mitunter ein reiner harter Quarz (Achat, Carneol &c.), am gewöhnlichsten aber bisher Silber gewesen. Messing eignet sich nicht sehr für die Anfertigung genauer Gewichte, da es zu leicht oxydiert; durch galvanische Vergoldung desselben vor dem letzten Justieren wird dieser Übelstand beseitigt. Silber oxydiert zwar nicht, läuft aber unter Bildung von Schwefelsilber leicht schwärzlich an. Der Überzug ist indessen so unendlich dünn, dass sich dessen Gewicht s[illegible] f der feinsten Waage nicht bestimmen lässt. Am vor[illegible]die in neuerer Zeit Material z[illegible] denGewicht[illegible]

von Platin angefertigen Gewichte; nur müssen dann die leichteren Gewichtstücke aus kleinen viereckigen, deutlich bezeichneten und an einer Ecke aufgebogenen Blechstücken bestehen. Die letzten leichtesten Gewichtstücke sind aus Federmark geschnitten. Aluminium ist wegen seines geringen specifischen Gewichtes sehr geeignet.

Prüfung der Gewichte.

Um sich von der Richtigkeit der Gewichtstücke zu überzeugen, muss auf einer völlig richtigen und empfindlichen Waage nicht nur die Haupteinheit mit den auf die andere Waagschale gelegten sämmtlichen entsprechenden Unterabtheilungen im Gleichgewichte sein, sondern auch jedes einzelne Stück der Unterabtheilung den sämmtlichen weiter abgetheilten entsprechenden Gewichtstücken genau die Waage halten. Bei kleineren Gewichten dürfen sich auf einer 0,1 Milligramm ausschlagenden Waage gar keine Differenzen zeigen. Bei Vergleichung grösserer Gewichte mit allen kleineren können Differenzen von 0,1—0,2 Milligramm übersehen werden.

Übliche Probirgewichte.

In Hannover wird, wie in einem grossen Theile Deutschlands, der Centner Civilgewicht in 100 Pfunde, 1 Pfund in 2 Mark oder 32 Lothe, 1 Loth in 4 Quentchen und ein Quentchen in 4/4 abgetheilt. Für die Erzproben erhält nun das dabei zur Anwendung kommende Probiergewicht dieselbe Eintheilung; und man pflegt den Probiercentner ein Quentchen Civilgewicht = 3,654 Gramm schwer zu nehmen. Die kleinste Gewichtsgrösse, welche auf der Waage bestimmt wird, pflegt dann 1/4 oder 1/8 Loth, oder resp. 0,2857 und 0,1429 Milligramm zu sein.

Centnergewicht.

Im Königreich Sachsen ist seit 1. Januar 1843 für die Erzproben das dortige neue Landesgewicht eingeführt, bei dem der Centner (= 50 Kilogramm schwer) in 100 Pfunde, 1 Pfund in 100 Pfundtheile, demnach 1 Centner in 10000 Pfundtheile eingetheilt ist. Die Schwere des Probiercentners ist auf 3,750 Gramm = 0,750 Pfundtheile festgesetzt [1]). Die kleinste Gewichtsgrösse, welche bei den Silbererzproben angegeben wird, ist auf 1/2 Pfundtheil festgesetzt und diese ist daher = 0,1875 Milligram

[1]) Das Probiergerwicht, FreibergerSystem (100 Pfund=3 Silber nebst Etui fertigt Hr. Bergmechanikus Lingke und dasselbe aus Messing, bis 10 Pfundtheile gehend, m

oder = 0,0000375 Pfundtheile des Landesgewichts schwer. Der Probiercentner zur Anstellung der Nässproben ist zu 75 Gramm = 15 Pfundtheilen schwer bestimmmt, und erfolgt das Auswiegen der Nässproben bis auf ½ Pfund, welches demnach = 0,0750 Pfundtheile des Landesgewichts schwer ist.

Zu Přibram in Böhmen dient als Gewichtseinheit der 10 Gramm schwere Probiercentner = 100 Pfund à 32 Loth à 4 Quentchen à 4 Denär. Man wiegt gewöhnlich nur ½ Probiercentner Probiergut ab und gibt als kleinste Gewichtsmengen bei den Bleiproben ½ Pfund und bei den Silberproben einzelne Denäre an.

Auf manchen Hüttenwerken ist noch ein Probiercentner üblich, welcher in 110 Pfund à 32 Loth à 4 Quentchen eingetheilt wird.

Für das Probieren der Münzen, des güldischen Silbers, Blick- Markgew
silbers, Brandsilbers &c. ist in Deutschland das Markgewicht eingeführt. Das absolute Gewicht der für Münzen und den Gold- und Silberhandel gebräuchlichen Mark ist nicht gleich; im Österreichischen wiegt die Mark = ½ Pfund des dortigen Handelsgewichts; im übrigen Deutschland, wie in Hannover, = ½ Pfund Cölnisch. Durchgängig aber wird die Mark auf gleiche Weise abgetheilt, und diese Abtheilungen erhält auch das Probiergewicht.

Das Markgewicht besteht

für Gold aus			für Silber aus			
Mark	Karat	Grän	Mark	Loth	Denär oder Grän	
1	24	288	1	16	256	288
	1	12		1	16	18

Die Denäre sind fast nur im Österreichischen gebräuchlich.

Die Gräne werden ausserdem noch in ¼ oder ⅛ sowohl bei Gold als Silber eingetheilt.

In neuerer Zeit ist in einigen deutschen Staaten die Mark neben obiger alten Eintheilung auch in decimaler Abthei-

lung in 10, 100 und 1000 Theile eingetheilt. In Freiberg z. B. nimmt man die Mark = 1 Gramm = 1000 Milligramm und wiegt bis auf 1 Milligramm aus.

Richtpfennig-gewicht.

Wenn es darauf ankömmt, den Gehalt bei Gold oder Silber sehr scharf anzugeben, so bedient man sich wohl des Richtpfenniggewichts.

Die Mark ist bei diesem Gewicht wie folgt eingetheilt:

Mark	Unzen	Loth	Karat	Quintel oder Quentchen.	Pfennige	Grän	Eschen	Reichs- oder Richtpfennige
1	8	16	24	64	256	288	4352	65536
	1	2	3	8	32	36	544	8192
		1	1,5	4	16	18	272	4096
			1	$2\frac{2}{3}$	$10\frac{2}{3}$	12	$181\frac{1}{3}$	$2730\frac{2}{3}$
				1	4	$4\frac{1}{2}$	68	1024
					1	$1\frac{1}{8}$	17	256
						1	$15\frac{1}{9}$	$227\frac{5}{9}$
							1	$15\frac{1}{17}$

Das absolute Gewicht der Mark des Probiergewichts wird nicht überall gleich genommen. Am gebräuchlichsten möchte noch sein, dass man $\frac{1}{16}$ Loth Civilgewicht bei den Silberproben und $\frac{1}{32}$ Loth Civilgewicht bei den Goldproben als das Gewicht der Probiermark nimmt.

Da $9 . 32 = 288$ und $18 . 32 = 2 . 288$, so könnte ein Probierer, dem ein besonderes Markgewicht fehlt, und welcher ein nach Pfunden und Lothen getheiltes Centnergewicht besitzt, als Probiermark 9 Pfund oder 18 Pfund verwenden, und würde dann 1 oder 2 Loth für 1 Grän zu rechnen haben.

Grammgewicht.

Sehr bequem in der Anwendung ist das in seiner Eintheilung einfache französische Grammgewicht. Bei ihm ist 1 Gramm die Einheit, gleich dem Gewicht von 1 Cubiccentimeter (Taf. I. Fig. 10.) Wasser bei $+4^0$ C im luftleeren Raume. Die weiteren Unterabtheilungen nach oben und unten sind folgende:

1 Gr = 1 Gramm	1 Gr = 1 Gramm
10 Gr = 1 Dekagramm	0,1 Gr = 1 Decigramm
100 Gr = 1 Hectogramm	0,01 Gr = 1 Centigramm

1,000 Gr = 1 Kilogramm 0,001 Gr = 1 Milligramm
10,000 Gr = 1 Myriagramm
100,000 Gr = 1 Quintal
1,000,000 Gr = 1 Millier

Das französische Grammgewicht gestattet eine wichtige eziehung zwischen absolutem und specifischem Gewichte. a nämlich das specifische Gewicht des Wassers = 1 angeommen wird und 1 Cubiccentimeter Wasser 1 Gramm wiegt, o drückt das specifische Gewicht fester und flüssiger Körper as absolute Gewicht von 1 Cubiccentimeter in Grammen oder on 1 Cubicdecimeter in Kilogrammen aus. Kennt man das ewicht Wasser in Grammen oder Kilogrammen, welches ein efäss fasst, so drückt dieses Gewicht seinen Rauminhalt in Cuiccentimetern oder in Cubicdecimetern aus. Ein Meter, die inheit des französischen Längenmasses, = $\frac{1}{10,000,000}$ des Erdquadranten, wird nach Analogie des Grammes eingetheilt in

1 M = 1 Meter 1 M = 1 Meter
10 M = 1 Dekameter 0,1 M = 1 Decimeter
(Taf. I. Fig. 11.)
100 M = 1 Hectometer 0,01 M = 1 Centimeter
1000 M = 1 Kilometer 0,001 M = 1 Millimeter

Für Flüssigkeiten bildet die Einheit das Liter = 1 Cubicdecimeter oder 1 Kilogramm Wasser von + 4° C mit folgenden Abtheilungen:

1 L = 1 Liter 1 L = 1 Liter
10 L = 1 Dekaliter 0,1 L = 1 Deciliter
100 L = 1 Hektoliter 0,01 L = 1 Centiliter
1000 L = 1 Kiloliter 0,001 L = 1 Milliliter = 1 Cubiccentim. (Taf. I. Fig. 10) oder 1 Gramm Wasser.

In England bedient man sich als Probiergewicht für Erze dc. der kleineren Abtheilungen (etwa 1000 Grains) dels-
ichtes Avoir-dupoids Pound = 16 Ounc
0 Troy-Grains = 0,9698 Preuss. Pfd. =
unce = 1,9396 Preuss. Loth = 2
0,0648 Gramm.

Für Gold- und Silberproben ist das Münzgewicht gebräu
lich, das Imperial Standard Troy-Pound à 12 Ounces (oz.) à
Pennywights (dwts) à 24 Troy-Grains = 5760 Troy-Grains
0,7980 Preuss. Pfd. = 0,373246 Kilogramm; 1 Ounce = 1,
Preuss. Loth = 31,109 Gramm; 1 Pennywight = 0,1064 Pre
Loth = 1,555 Gramm; 1 Grain = 0,0648 Gramm.

Als Apothekergewicht wird dieses Pfund in 12 Ounces à
Drames à 5 Scrupel à 20 Grain eingetheilt.

Apotheker-gewicht.

Erwähnt werden mag hier noch die Eintheilung des A
theker- oder Medicinalgewichts, da man mitunter
wichtsmengen nach ihm angegeben findet. Bei ihm ist:

Pfund	Unzen	Drachmen	Scrupel	Gran.	Gramm
1	12	96	288	5760	350,7
	1	8	24	480	29,2
		1	3	60	3,6
			1	20	1,2
				1	0,0

Vergleichung verschiedener Gewichte.

Zur Vergleichung der verschiedenen Medicinal- und M
gewichte unter einander diene, dass

	Gram
1 Pfund Nürnberger Medicinalgewicht schwer ist	= 382,7
1 Pfund neues Preuss. oder Hannov. Medicinalgewicht = ¾ Pfd. Cölln.	= 350,7
½ Pfund Preuss. oder Hannov. Gewicht = 1 Mark Gold- und Silbergew. (sogen. Cölln. Mark) .	= 233,8
1 Pfund Österreichisches Medicinalgewicht . .	= 420,9
1 Pfund Österr. Handels-, Gold- u. Silbergewicht .	= 561,2
½ Pfund Österr. Gewicht = 1 Mark Österreichisch	= 280,6

1 Centner Zollgewicht = 50 Kilogramm.

Die Gewichte und Gemässe verschiedener Länder genau
kennen, ist für den Probierer unumgänglich nöthig, sobei
Vergleichungen und Reductionen vornehmen will. Es mö
deshalb einige derartige Angaben hier Platz finden:

1 Kilogramm = 2,138072 Preuss., Hannov., Kurhes

unschw. Pfund à 32 Loth à 4 Quentchen à $^4/_4$ = 2,000000
chs., Bad., Hessendarmst., Schweiz. Pfund. (Zollgewicht) =
1,785714 Bair. Pfd. = 2,137995 Würtemb. Pfd. = 1,785675
terr. Pfd. = 2,002768 Dän. und Norw. Pfd. = 2,351063
hwed. Schaalpfd. = 2,441883 Russ. Pfd. = 2,204597 Engl. Pfd.

1 Liter = dem Volum von 1 Kilogramm Wasser bei
0 R = 1000 Cubiccentimeter = 0,2568082 Hannov. Stübchen
270 Cbz. = 0,2200967 Engl. Gallon à 277,27384 Cbz. =
5733386 Preuss. Quart à 64 Cbz. = 1,067765 Sächs. Kannen
47,213 Pariser Cbz. = 1,067414 Braunschw. Quart à $52^4/_{11}$
euss. Cbz. = 0,7066484 Österr. Mass à 0,0448 Cbf. = 0,3820894
hwed. Kannen à 0,1 Cbf. = 0,8136940 Russ. Stoof à 75 Cbz.

1 Cubicmeter = 40,12627 Hannov. = 29,17385 Pariser
31,65785 Österr. = 32,34587 Preuss. und Dän. = 44,03176
chs. = 35,31658 Russ. und Engl. = 40,22350 Bair. = 43,03380
aunschw. = 41,99374 Kurhess. Cubicfuss.

1 Meter = 3,423547 Hann. Fuss à 12 Zoll à 12 Linien =
978444 Pariser = 3,280899 Engl. und Russ. = 3,186199 Preuss.,
ranländ. und Dän. = 3,163446 Österr. = 3,531197 Sächs. =
501316 Braunschw. = 3,475854 Kurhess. = 3,490519
Würtemb. = 3,33333 Bad., Nass. und Schweiz. Fuss.

Nähere Auskunft über Massen und Gewichte geben:

Salomons metrologische Tafeln. Wien 1823.

Jickel, neueste Europäische Münz-, Mass- und Gewichtskunde. 2 Bde. Wien 1828.

Aldefeld, die Masse und Gewichte der deutschen Zoll-Vereins-Staaten und vieler anderer Länder &c. Stuttgart und Tübingen 1838.

J. C. Nelkenbrechers allgemeines Taschenbuch der Mass-, Gewichts- und Münzkunde, der Wechsel-, Geld- und Fondscourse &c. Herausgegeben von F. Wolf und mit neuen Münz-Tabellen versehen vom Haupt-Münz-Wardein H. C. Kandelhardt. 16te Auflage. Berlin 1842.

Vergleichungs-Tafeln der Gewichte der vorzüglichsten Länder und Handelsplätze. Grimma 1851.

Tabellen zur Vergleichung der verschiedenen europäischen Münzen, Längen-, Feldmassen &c. Freiberg 1852

en, Gewichte und Münzen der grössten deutschen und ausserdeutschen Länder, verglichen mit den Preuss. Wriezen 1852.

l, Zusammenstellung der verschiedenen Münzen, Gewichte, Gemässe für trockene und flüssige Sachen &c. Neuhaldensleben 1853.

Kussner, Tabellen der Münzen, Masse und Gewichte in den verschi denen Ländern von Europa und in den vorzüglichsten von Amer Asien und Afrika. Würzburg 1854.

Ch. und Fr. Noback, Münz-, Mass- und Gewichtsbuch. Meiningen u Leipzig 1854.

Uebersicht der in nachbenannten Ländern und Orten im Gebrauche steh den Masse und Gewichte und ihres Verhältnisses zu dem neuen Öst Mass und Gewicht. Wien 1854.

Mendelsohn, Handbuch der Münz-, Mass- und Gewichtskunde. Pe dam 1855.

Münz-, Mass- und Gewichtstabellen nach einem neuen System, von H Quedlinburg 1855.

Zweiter Abschnitt.

Erhitzungs- und Erwärmungs-Apparate.

§. 3. Muffelöfen.

ruction. Sie stimmen alle darin überein, dass ein feuerfester, g wölbter Raum mit ebenem Boden, die Muffel, in einem pr matischen, cylindrischen oder elliptischen Ofen ringsum erhi wird, ohne dass also der in dem Gewölbe zu erhitzende Kör mit dem Brennmateriale in unmittelbare Berührung kömmt. D Gewölbe öffnet sich in der Vorderwand des Ofens, durch welch das in einem passenden Gefässe enthaltene Probiergut ein- und au getragen wird. Die Muffelöfen scheinen schon im 13. Jahrhund bekannt gewesen zu sein und haben seitdem mannigfache Ve besserungen und Abänderungen erfahren. Ihre Grösse u Construction richtet sich theils nach der Temperatur, welche i ihnen hervorgebracht werden soll (etwa 1200° C.), und die n höher geht, als dass Kupfer und Gold vollständig in dünn Fluss gerathen; theils nach der Menge der Proben, welche g wöhnlich gleichzeitig angestellt werden sollen; theils nach de zu verwendenden Brennmateriale; theils aber auch nach der i einer Gegend hergebrachten Gewohnheit.

Stets müssen die Muffelöfen unter einem feuersichern Rauc

(Lehms) oder ohne Federn mit feuerfesten Backsteinen aus-
et wird. Sie sind noch jetzt im Gebrauche; bisweilen ist
enblech durch Gusseisenplatten ersetzt. In neuerer
id die tragbaren Muffelöfen wohl aus Thonplatten,
durch eiserne Bänder zusammengehalten werden, con-
. Diese haben vor denen aus Eisenblech, obgleich sie
r haltbar sind, den Vortheil der geringeren Kostbarkeit
en, dass die ausstrahlende Wärme den Probierer in ge-
n Grade belästigt. Die Dauer dieser Öfen wird sehr er-
wenn man die Thonplatten sorgfältig wartet und kleine
ntstehende Sprünge und Risse mit feuerfestem Thone so-
ausbessert. Die eisernen Bänder überdauern mehrere
lten.

billigsten von allen Muffelöfen sind die feststehenden,
sie aus feuerfesten Backsteinen aufgemauert werden.
stände allein können die Zweckmässigkeit ihrer Wahl
n.

n kann die für Holzkohlenfeuerung bestimmten Muffel- Muffelöfen mit u. ohne Rost.
solche mit Rost und in solche ohne Rost eintheilen.
tstäbe liegen einige Zoll unter dem Muffelboden, und
lem Roste befindet sich dann ein besonderer Aschenfall;

Vertheilung der Hitze wird durch den Rost bedingt; eine Erzielung von Kohlenersparung möchte nur relativ sein. In kleinen Öfen ohne Rost lässt sich nicht so gut und schnell die Hitze erzeugen, welche zur Anstellung der Proben erforderlich ist, als in grössern Öfen ohne Rost; bei grössern Öfen hingegen würde ein Rost die Hitze leicht höher steigern können, als man solche bedarf. Deshalb versieht man kleinere Öfen häufig mit einem Roste und setzt auch wohl auf den Öfen einen gewölbartigen Aufsatz (Dom oder Kuppel) mit einem Rohre zur Verstärkung des Zuges und dadurch der Hitze. In der Kuppel befindet sich dann eine Thüre zum Nachgeben der Kohlen. Nur wenn man in grossen Muffelöfen eine besonders hohe Temperatur, z. B. auf Blaufarbenwerken zur Schmelzung der Farbenglasproben, erzeugen will, hat man sie wohl mit einem Roste erbaut.

Muffeln aus Thon.

Die Muffeln sind fast stets aus feuerfestem Thone angefertigt und dann am zwekmässigsten der Muffelboden und das Gewölbe isoliert; einmal, weil in einem Stücke gefertigte, besonders grössere Muffeln leichter springen und dann, weil es sonst nicht zulässig ist, dass, wenn nur ein Theil schadhaft geworden ist, dieser allein ausgewechselt werden kann. Man gibt dem Gewölbe, da wo es auf dem Boden aufliegt, mehrere schmale Ausschnitte, um mehr Luft in die Muffel gelangen zu lassen. Zu gleichem Zwecke erhält die Hinterwand auch wohl noch einige kleine runde Öffnungen. Das Muffelblatt ruht auf zwei oder mehreren durch den Ofen gelegten Eisenstäben, welche ausgewechselt werden können.

Muffeln aus Gusseisen.

In neuerer Zeit hat man für kleine Muffelöfen, welche bloss zum Cupellieren bestimmt sind, die Muffeln aus Gusseisen fertigen lassen. Gewölbe und Boden sind dann in einem Stücke und mit starken Wänden gegossen. Diese Muffeln haben den Vortheil, dass in ihnen die Hitze gleichförmiger bleibt und durch ein Hängenbleiben der Kohlen, Nachstockeln derselben &c. nicht so leicht Temperaturveränderungen eintreten. Sie haben im Gewölbe keine Seitenöffnungen, so dass die Luft nur von vorn durch das Mundloch zutreten kann; das Abtreiben geht daher in ihnen etwas, jedoch kaum merklich, langsamer. Die gusseisernen Muffeln widerstehen jedoch nicht sehr lange der Ein-

wirkung der Luft und Hitze, obgleich sie bei weitem länger als thönerne aushalten.

Muffelgewölbe mit unnöthiger Höhe veranlassen nur Brennmaterialverschwendung und deshalb ist eine frühere alte Art thurmförmig gewölbter Muffeln ganz ausser Gebrauch gekommen.

Als Brennmaterial dienen Holzkohlen, Steinkohlen, Braunkohlen und Cokes. Brennmate

Die Kohlen, am besten Buchenholzkohlen, müssen in der Grösse des Ofens angemessenen Stücken angewandt werden, da sich grosse oder lange Stücke im Ofen sperren, leere Räume lassen und ein Niedersinken erschweren, wodurch der Ofen abgekühlt wird; zu kleine Stücke hemmen den Zug.

Die Fig. 12—15 Taf. I. zeigen einen transportabeln grossen Muffelofen ohne Rost, aus Eisenblech angefertigt. Fig. 12 gibt eine Ansicht desselben von vorn, Fig. 13 eine Seitenansicht, Fig. 14 einen Durchschnitt durch die Mitte des Ofens nach der Ebene a b Fig. 12 gelegt, Fig. 15 einen Grundriss nach der Ebene a b Fig. 14. In den Figuren bezeichnen dieselben Buchstaben dieselben Gegenstände. Der Ofen steht auf einem Träger p p, welcher durch die beiden Stäbe o o zusammengehalten wird. x x x sind Eisenstäbe, welche durch den Ofen gelegt werden und die Muffel tragen. l bezichnet die Öffnung der Muffel in der Vorderwand des Ofens; vor dieser Öffnung liegt noch ein Eisenblech r, welches ebenfalls von den Stäben x x getragen wird und dazu dient, Gefässen einen Platz zu gewähren, welche eben in den Ofen gestellt oder aus ihm weggenommen sind. v v sind kleine Ausschnitte im Muffelgewölbe, um der Luft freiern Zutritt zu gewähren; v′ kleine runde Öffnungen in der Hinterseite der Muffel zu demselben Zwecke. Die Figuren zeigen, dass das Muffelblatt um eine Kleinigkeit grösser ist, als der untere Grundriss des Muffelgewölbes. Mehr als das Gezeichnete andeutet, darf jedoch diese Differenz nicht betragen, weil sonst der Zug des Ofens gehemmt werden würde. i ist eine Öffnung in der Vorderwand, theils um Luft zu den Kohlen über der Muffel treten lassen zu können, theils um zu beobachten, wie weit die Kohlen im Ofen niedergebrannt sind. Unter der Muffel liegt die Öffnung s, theils zum Zutritt der Luft, theils zur Entfernung der Asche bestimmt. Transpo tabler H kohlenmu ofen a Eisenble ohne Ro (Ältere Harzer Öf

Die Öffnungen i, l und s können durch Schieber von Eisenblec
n n verschlossen werden. Auf den Ofen ist noch ein Tricht
von Eisenblech f c h k gesetzt, dessen hauptsächlichste Wirku
in einer Vermehrung des Zuges besteht, der aber auch da
dient, die Kohlensäule über der Muffel zu erhöhen, damit die
nur von bereits völlig glühenden Kohlen berührt werden ka
Dass die Federn deshalb an das Eisenblech genietet sind, da
sie den Thonüberzug, welchen die Fig. 4 deutlich zeigt, haft
machen, ist bereits oben angeführt. Die Massen des Ofens g
die Zeichnung genau an. Öfen dieser Construction wurden
Harz fast allgemein für die Anstellung der Silber- und Bleiprol
benutzt; gegenwärtig werden sie von den aus Thonplatten
gefertigten Öfen verdrängt. — Einen solchen Ofen zeigt Taf
Fig. 16 in der Vorderansicht und Fig. 17 in einem seitlic
Durchschnitt nach der Ebene a b der Fig. 16. Die Buchsta
in den Fig. 16 und 17 bezeichnen dieselben Gegenstände,
bei den Fig. 12—15. Der Ofen besteht aus einer Bodenpl
aus feuerfestem gebranntem Thone und ruht zunächst auf ei
Eisenplatte und diese dann auf den Trägern p p. Die
Seitenwände des Ofens bestehen aus 4 einzelnen Platten, wel
in eine Rinne in der Bodenplatte eingestellt sind. Das ob
Stück d g f c ist nicht weiter in einzelne Theile getrennt.
greift mit einem Falze in die Seitenwände ein. Alle durch
einzelnen Stücke, die sich mitunter beim Brennen im Thonbre
ofen etwas gezogen haben, auf ihren Fugen noch etwa verb
benen kleinen Ritzen werden genau mit feuerfestem Thon an
strichen. Beim Zusammenschrauben der den Ofen umgeben
starken eisernen Bänder muss man sehr vorsichtig verfah
damit die Thonplatten dabei nicht beschädigt werden. E
so muss auch das Anfeuern eines neuen Ofens mit einiger
sicht geschehen. Der aus Eisenblech gefertigte Kohlentric
h k f c pflegt an der Vorderseite offen zu sein.

Transportabler Holzkohlenmuffelofen aus Thonplatten ohne Rost. (Neuerer Harzer Ofen.)

Holzkohlenofen mit eiserner Muffel Rost.

Einen Ofen mit gusseiserner Muffel, welcher nur zu Cu
lationen (Feinproben, Münzproben &c.) bestimmt ist, zeigen
Fig. 22 und 23. Fig. 22 (Taf. II.) gibt eine Vorderansicht d
selben, Fig. 23 einen seitlichen Durchschnitt. Er ist mit ein
zwischen Muffel und Aschenfall liegenden Roste versehen. r

die Roststäbe; x die eisernen Tragstäbe für die Muffel;
r der Muffel auf den Tragstäben liegende Blech; zu ei-
lichen Zwecke wie dieses Blech n dienen die beiden
che p p, welche in Charnieren beweglich sind und so
pt werden können, dass sie der Seitenwand parallel
enn sie nicht benutzt werden sollen. Über der Muffel
sich in der Vorderwand des Ofens die beiden Öffnun-
d b. Die Muffelöffnung ist durch c bezeichnet. o ist
ng, welche zum Aschenfalle führt; d eine Öffnung,
ie Luft unter den Rost treten lässt und auch die Ein-
eines Hakens zur Reinigung des Rostes gestattet. Will
Öffnung o als Zutrittsöffnung für die Luft benutzen, so
n auch die Öffnung d über den Rost verlegen. Die
en Öffnungen a, b, c, d und o können, wie bei den
fen, mit Schiebern verschlossen werden; diese letztern
Deutlichkeit wegen auf der Zeichnung nicht mit ange-
s sind zwei Griffe, um durch solche den Ofen leicht
bel zu machen. Ein solcher Ofen kann nur mit Holz-
feuert werden. Er ist aus Eisenblech construiert und
ch innen beschlagen mit einer durch angenietete Federn
emachten Thonlage. Der Ofenraum über der Muffel ist
ng, um einen Kohlentrichter entbehrlich zu machen.
igt die gusseiserne Muffel im Grundrisse. Sie ist an
teren Theile in ihren Wänden stärker gegossen, um da-
r die Erhitzung noch gleichförmiger zu haben. Fig. 25
aus Schmiedeeisen gefertigtes Eisenstück in der Hälfte
lichen Grösse im Grundriss, die Stärke desselben kömmt
der Capellen fast gleich. Man bedient sich dieser
te, um solche mit ihrer ausgerundeten Seite gegen und
apellen zu legen, damit solche nicht unmittelbar durch
Muffel eintretende kalte Luft berührt und zu sehr und
rmig abgekühlt werden können.

ranzösischer Muffelofen für Goldproben mit zwei Muffeln
f. V. Fig. 121 und 122 abgebildet.

Muffelofen zu Blei- und Silberprobei cher
g, wie er in Schlesien angewendet w
8—21, Taf I. Der Ofen wird aus Gus

sammengesetzt, welche mit feuerfesten Ziegeln h ausgefutte
Fig. 18. zeigt eine Ansicht des Ofens von vorn; Fig. 21
horizontalen Durchschnitt. Fig. 19 einen seitlichen Durch
nach B A Fig. 21 und Fig. 20 einen Querdurchschnitt
D Fig. 21. Gleiche Buchstaben bezeichnen in diesen F
dieselben Gegenstände; a ist der eigentliche Feuerungsra
sind Tragstangen für die Muffel und c Stützen, beide be
aus gebranntem Thone; d ist die Muffel und e deren Mun
f der Aschenheerd oder das Zugloch.

Ältere Freiberger Holzkohlenmuffelöfen.

Die ältern Muffelöfen auf den Freiberger Silber
sind unbeweglich aus Mauerziegeln aufgebaut und mit
verstrichen; ganz gewöhnlich liegen auf demselben Heerde u
nebeneinander. Sie sind für Holzkohlenfeuerung einge
Kersten [1]) gibt ihre Dimensionen an wie folgt: Die Län
Freiberger Muffelöfen beträgt von der Vorwand bis an die
mauer oder Hinterwand 24 Zoll, excl. der 3 Zoll starken
wand; die untere Weite von einer Seitenwand zur and
23 Zoll. Die Höhe vom Aschenheerd bis zur Neigung der
wände ist = 14 Zoll und von da bis zum Aufgebemäu
sind 7 Zoll. Die ganze Höhe des Muffelofens beträgt da
Zoll. Die obere Weite von einer Seitenwand zur andern
16 Zoll, folglich die Neigung von jeder Seite 3½ Zoll. Die
und Hinterwand ist vertical aufgeführt und letztere 4—
höher als erstere. Die Entfernung vom Aschenheerde b
Muffelblatte ist 7 Zoll, incl. der Stärke des letzteren. Da
und Aschenloch, welches zugleich der Hauptkanal für d
im Ofen ist, ist 6 Zoll hoch und 5 Zoll breit. Das Ei
oder Muffelloch — der Zugang zur Muffel — ist 5½ Zo
und 4½ Zoll breit. Die Muffel in Form eines Kellergewö
21½ Zoll lang; die untere Weite oder der grösste Durch
beträgt 13 Zoll, und wenn man auf diesem im Mittelpunk
senkrechte Linie bis an den Schluss des Gewölbes od
Mittel des Zirkels errichtet, so gibt dieselbe die Höhe von 5
Gewöhnlich werden in Freiberg 30 Stück Silber
mal angesotten, so dass 5 und 5 Scherben in e

[1]) Berthier, c. l. I. pag. 144.

Das Ganze eines solchen Muffelofens stellt in seinen äusseren Umrissen ein Rechteck vor, welches sich in eine abgestumpfte Pyramide endigt. Die ganze Höhe theilt man in 3 Theile, so dass $^2/_3$ dem ersteren und $^1/_3$ dem letzteren zukommen.

Diese Muffelöfen, bei denen noch neben der erwähnten Hauptluftzuführung rechts und links derselben, in den unteren Ecken des Ofens zwei kleinere Luftkanäle angebracht waren, entsprachen ihrem Zwecke völlig. Gegenwärtig sind jedoch, um die Holzkohlen zu ersparen, Muffelöfen für Steinkohlenfeuerung [1]) auf den Freiberger Hütten eingerichtet und zur Anstellung der Silber- und Garkupferproben eingeführt. Nach vergeblichen Vorversuchen, die Holzkohlen durch Cokes zu ersetzen, wurde diese Construction von Plattner angegeben und ist solche von ihm in dem angezogenen Jahrbuche bekannt gemacht, dem hier die nachfolgende Beschreibung entnommen ist.

Plattner Steinkohlenmuffelofen a denFreiberg Hütten.

Der Probierofen ist von gewöhnlichen gebrannten Mauerziegeln aufgeführt; einzelne Theile in seinem Innern, welche von der stärksten Hitze getroffen werden, bestehen jedoch aus feuerfestem gebranntem Thone, theils in der Form von Mauer- und Wölbziegeln, theils auch in anderer Form, wie aus der folgenden näheren Beschreibung hervorgehen wird.

Die Taf. II. Fig. 26 gibt einen Aufriss des Ofens; die Fig. 30 einen Grundriss (horizontalen Durchschnitt) nach der Ebene G H, Fig. 27 einen Durchschnitt nach der Linie C D des Grundrisses, Fig. 28 einen Durchschnitt nach A B des Grundrisses und Fig. 29 einen Durchschnitt nach E B des Grundrisses.

Die Muffel a Fig. 27, 28 und 29, welche mit ihrem Bodenblatte verbunden ist und 30 Probierscherben fasst, ruht hinten auf 3 Füsschen, b b b Fig. 28, 29 und 30, von feuerfestem gebranntem Thone, von welchen das mittelste etwas länger ist, als die beiden andern, in der Mitte ruht sie auf einem stark gebrannten Tragsteine c, ebenfalls aus feuerfester Thonmasse und vorn mit ihrer ganzen Breite in einem Falz, welcher in diejenigen Ziegel eingehauen ist, welche die unterste Lage der Stirnmauer bilden. Sie hat nach der vordern Seite zu 1 Zoll

[1]) Jahrbuch für den Berg- und Hüttenmann auf das Jahr 1842, pag. 1.

Fall und das Bodenblatt derselben 12 Zoll Abstand von d ebenfalls mit 1 Zoll Fall eingelegten Roste. Dieser Abst wurde für die Anwendung von Steinkohlen aus dem Plauensch Grunde, welche durchschnittlich 13 Procent erdigen Rücksta geben, als der zweckmässigste gefunden.

Die Muffel ist mit einem Gewölbe von feuerfesten Thon geln umgeben, welches von der Muffel überall 2 Zoll Absta hat. Das Einwechseln einer neuen Muffel hat keine Schwier keiten; es dürfen nur die Ziegel, welche die Stirnmauer bild von oben herab einzeln weggenommen und zum Wiederaufset bei Seite gelegt werden. Die alte unbrauchbare Muffel w dann herausgehoben und dafür eine neue hineingestellt, sob der Tragstein und die Füsschen noch in gutem Zustande si Ist der Tragstein schadhaft geworden, so lässt sich dieser s leicht durch einen neuen ersetzen, weil man durch die be Aufbau des Ofens gelassene Öffnung d Fig. 26, welche mit ein passenden Steine für gewöhnlich zugesetzt wird, mit der Ha bequem nach dem einen Ende des Tragsteins, wo selbiger dur einen eingeschobenen Stein und einen eisernen Keil so befes ist, dass er gespannt steht, gelangen, und nach Wegnahme d Befestigungstheile den Tragstein selbst vom Feuerungsraume a leicht herausnehmen, an dessen Stelle einen neuen einlegen un diesen wieder befestigen kann. Eben so lassen sich auch d schadhaft gewordenen Füsschen, welche nur trocken eingel werden, sehr leicht mit neuen vertauschen.

Alle Flächen, auf welche die Muffel zu ruhen kommt, wer den vor dem Einsetzen derselben mit ein wenig Knochenmeh überstreut, wodurch ein mögliches Anbacken des Muffelblatt an den Tragstein oder an die Füsschen verhindert wird. Ent stehen beim Gebrauche des Probierofens kleine Risse im Muffe blatte, so werden diese mit nicht zu fein gepulverter, gebrannt Thonmasse ausgefüllt. Die Muffeln halten in einem solch Probierofen, sobald man gute Probierscherben hat, die beim G brauche zum Ansieden von Silberproben keine Risse oder Löch bekommen, noch länger aus, als die in einem Probierofen m Holzkohlenfeuerung, weil sie an mehreren Punkten unterstü werden können und kein Brennmaterial zu tragen haben.

Verschliessen der Muffelöffnung e Fig. 26 und 28 dient
nem eisernen Henkel versehener Vorsetzstein Fig. 32
gebrannter Thonmasse, welcher mit einem eisernen
Fig. 33, der mit einem hölzernen Hefte versehen ist,
handhabt werden kann. Über der Muffelöffnung be-
noch eine zweite sehr niedrige, aber etwas breite
welche bloss dazu dient, die zum Trocknen der zu
nden Probemehle erforderlichen Trockenbleche über
in kurzer Zeit bis zu einem gewissen Grade erwär-
önnen; für gewöhnlich wird sie aber mit einem pas-
rsetzsteine Fig. 31 geschlossen.
ost, welcher, wie schon erwähnt wurde, mit demsel-
eingelegt ist, wie die Muffel, besteht aus 6 gusseisernen
e aber etwa ½ Zoll auseinander liegen. Bei bessern
würde man die Stäbe enger aneinander legen

ecke des Kanals, welcher nach dem Feuerungsraume
en zwei neben einander liegende Platten, Fig. 28 g
n feuerfestem gebranntem Thone, von welchem die
nen Theil des Simses ausmacht und die schmälere
l der vorderen Brand- oder Stirnmauer trägt. Die
ür h Fig. 26, welche bezeichneten Kanal verschliesst,
er inneren Seite 1¼ Zoll dick mit Thon beschlagen,
eiserne Federn, die besonders angenietet sind, fest-
ird. Dieser Beschlag dient als Schutzmittel für die
Wärme, welche sonst unmittelbar auf die eiserne
en und dem Probierer beschwerlich fallen würde.
m Verbrennen der auf dem Roste befindlichen Stein-
thige atmosphärische Luft tritt aus einem unter der
ssohle sich hinziehenden Kanale i Fig. 26 und 28, der im
ndet, durch einen kleinen Seitenkanal k, der mit einem
mehr oder weniger verschlossen werden kann, in ein
Thür des Aschenfalls angebrachtes Kniestück m von
und durch dieses in die Mitte des Aschenfalles. Nach
des durch einen solchen Luftkanal hervorgebrachten
l nach dem Luftzuge in der Hauptesse des Probierla-
s richtet sich die Höhe der Probierofenesse, welche

durch das Gewölbe bis n, Fig. 28 und 29, 7 Zoll ins Quadrat und dann weiter rund 7 Zoll im Durchmesser aufzuführen, ihre vordere Seite aber durch eine eiserne Schiene o, Fig 26 und 28, zu unterstützen ist, damit die Stirnmauer beim Einwechseln einer neuen Muffel leicht weggenommen und wieder aufgesetzt werden kann.

Ist der Luftzug im Probierofen selbst nicht stark genug, so strömt bei geöffneter Muffel zu viel kalte Luft durch die Eintragsöffnung e ein und wirkt nachtheilig auf die Proben. Bei den Freiberger Hütten beträgt die Höhe der Ofenesse nur 3 Fuss 6 Zoll. Ein besonderer Luftkanal ist indessen nicht nöthig, sobald man die Probierofenesse unmittelbar in die Hauptesse des Probierlaboratoriums führen kann; erstere muss aber in diesem Falle eine Höhe von ungefähr $2\frac{1}{2}$—3 Ellen besitzen. Bei Anwendung eines besondern Luftkanals bleibt die Thür des Aschenfalls bis auf die in selbiger befindliche kleine Öffnung gewöhnlich verschlossen; in Ermangelung eines solchen Kanals muss sie aber eine grössere Öffnung haben, die, während der Ofen im Gange ist, offen erhalten wird.

Was die Feuerung anbetrifft, so geschieht bei den Freiberger Hütten das Anfeuern der Probieröfen ungefähr $\frac{1}{2}$ Stunde lang mit Torf und die weitere Feuerung mit Steinkohlen von oben erwähnter Beschaffenheit. Die Flamme der Steinkohlen umspielt dabei die Muffel nach allen Seiten und tritt auch noch ungefähr $\frac{3}{4}$ Elle über die Esse hinaus. In Zeit von 2 Stunden ist die Muffel vollkommen heiss, so dass das Einsetzen von 30 Silberproben erfolgen kann. Während des Ansiedens und Verschlackens der Proben wird die Feuerung möglichst gleichmässig erhalten, nach dem Ausgiessen der Proben aber nicht eher wieder nachgeschüttet, als die ausgeschlagenen Werke auf die in der Muffel schon bereit stehenden Capellen gesetzt sind, damit letztere nicht zu heiss werden. (Vergleiche Proben auf Silber.) Zum Vorlegen beim Ansieden und Abtreiben bedient man sich jedoch noch der Holzkohlen, wie bei den früheren Probieröfen mit Holzkohlenfeuerung; der dazu nöthige Bedarf auf einen Tag wird beim Anfeuern des Ofens in der Muffel erst durchgeglüht und zum Gebrauche in einem Kästchen von Eisenblech bei Seite gesetzt.

Zu Přibram befindet sich das Schürloch an der der Arbeitsöffnung entgegengesetzten Seite, wodurch das Probierlaboratorium reinlicher zu halten ist und weniger Zug in demselben entsteht.

Zu Breitenbrunn bei Johann Georgenstadt sind Probieröfen mit Treppenrost für Braunkohlenfeuerung in Anwendung.

In einem nach der beschriebenen Construction hergestellten Probierofen kann man nach Plattner, wenn es nöthig ist, einen stärkeren Hitzgrad hervorbringen, als in den früheren Freiberger Probieröfen mit Holzkohlenfeuerung und die Temperatur auch sehr bald herunterziehen, oder, wenn sie zu niedrig ist, erhöhen. Während bei den Steinkohlenöfen der Muffelboden die meiste Hitze erhält und die Muffel selbst weniger, so ist dies bei den Holzkohlenöfen umgekehrt, indem die durch das untere Zugloch zutretende kalte Luft den Muffelboden abkühlt, die mit glühenden Kohlen umgebene Muffel aber die stärkste Hitze bekommt. Aus diesem Grunde lassen sich Proben, welche eine hohe Temperatur bedürfen, z. B. Kupfergarproben, Nickelproben &c. in einem Steinkohlenofen sicherer ausführen. Holzkohlenöfen mit Rost haben den beregten Übelstand nicht, oder doch weit weniger.

Vergleichu der Steinko len- und Hol kohlenmuffe öfen.

§. 4. Zugöfen zu Schmelzungen in Tiegeln. (Tiegelöfen, Windöfen.)

Im Allgemeinen besteht jeder Tiegelofen aus:

1. dem Aschenfalle, in welchen zugleich die Luft eintritt und zwar, wenn es angeht, aus einem möglichst tief und kalt gelegenen Orte durch einen in den Aschenfall mündenden Kanal zugeführt. Der Aschenfall kann durch eine Thür verschlossen werden und es ist gut, wenn mehrere kleine verschliessbare Öffnungen in ihr angebracht sind, um den Luftzutritt regulieren zu können;

Constructi der Tiege öfen.

2. dem Roste, welcher aus Eisenstäben (Traillen) besteht, die zweckmässig so eingerichtet werden, dass jeder Roststab einzeln, etwa durch die Vorderwand des Ofens, weggenommen werden kann; der Rost scheidet den Aschenfall von dem unmittelbar darüber liegenden

3. Feuerraume, welcher zur Aufnahme der Tiegel und des Brennmaterials dient.

Ist der Tiegelofen aus Eisenblech construiert, so überdeckt den Feuerraum eine Kuppel (Dom), auf welche zur Verstärkung des Zuges und dadurch der Hitze eine oder mehrere nicht zu enge Röhren aus Eisenblech gesteckt werden; ist der Ofen aus mehr oder weniger feuerfesten Backsteinen erbaut, so wird der Feuerraum durch einen beweglichen Deckel, eine Eisenplatte oder in einen eisernen Rahmen eingefasste Thonsteine geschlossen und aus dem oberen Theile des Feuerraums geht dann unter dem Deckel ein Kanal, der

4. sogenannte Fuchs ab, welcher die glühenden Gase in den seitwärts liegenden

5. Schlot oder die Esse führt.

Seltener wird bei einem gemauerten Tiegelofen auf die obere Mündung (die Gicht) des Feuerraums eine Kuppel von Eisenblech mit Rohr gestellt und dadurch Fuchs und Schlot ersetzt. Sollen die Tiegelöfen zu Proben auf darstellbaren Roheisengehalt oder zur Erzielung noch höherer Temperaturen dienen, so ist stets Fuchs und Schlot vorhanden. Sind die Tiegelöfen aus Eisenblech gebaut, so ist solches an der Innenseite mit eisernen angenieteten Federn versehen und wie bei den Muffelöfen mit feuerfestem Thon oder Lehm bekleidet. Jeder Muffelofen mit Rost kann nach Wegnahme der Muffel und Verschliessen der Öffnung für den Muffelhals (der Ein- und Austrageöffnung) als Tiegelofen benutzt werden, wenn man ihn mit Kuppel und Zugrohr versieht. Diese Einrichtung pflegt man jedoch nur da anzuwenden, wo wenig Proben, sowohl unter der Muffel als im Tiegelofen, anzustellen sind.

igofen mit chs u. Esse.

Die allgemeine Einrichtung eines Tiegelofens zeigt Taf. II. Fig. 34. (Grösster Zugofen im metallurgischen Laboratorium zu Clausthal.) Man macht ihn bald rund, bald quadratisch. A ist der Aschenfall mit der Thür c; B der eigentliche Feuerraum, zwischen beiden liegt der Rost a b. Auf diesen Rost werden die Tiegel, in welchen eine Schmelzung vorgenommen werden soll, gestellt. Der Feuerraum B kann durch die durch eine Leitkette

liche Thür f geschlossen werden. C ist der Fuchs
) die 9″ weite und 45′ hohe Esse oder der Schlot.
einen in den Keller mündenden Canal g tritt Luft
en Rost. — Ein kleinerer Zugofen in dem genannten Labo-
für Blei- und Kupferproben hat 14½″ Höhe über dem
ei 11″ Weite (Quadrat) und einem 6″ hohen Aschenfall.
nter der mit einer eisernen Platte zu verschliessenden
g führen 2 Füchse vorn 4½″, hinten 2″ hoch die Gase
sseiserne Schlote von 3½″ Durchm. und 6½′ Höhe.
Freiberger Windofen für 10 Bleiproben hat 15″ Höhe
dem aus 7 Stäben gebildeten Roste, 14¼″ Länge und
reite. Auf den Rost legt man einen mit Kohle über-
n Ziegelstein von 2½″ Höhe, 5″ Breite und 9½″ Länge,
werden die etwa 3¾″ hohen Bleituten gesetzt, darauf
etwa 7″ hoch Kohlen und dann bleibt noch 1¾″ leerer
Zuführung von künstlichem Zug ist nicht erforderlich.
r zum Aschenfall liegt 6″ unter dem Roste und ist bei
eite 6″ hoch.

Tiegelofen muss so gestellt sein, dass die Gase, welche
Esse abziehen, gut abgeleitet werden und man bequem
zum Aschenfalle als auch durch die Thür zum Feuerungs-
gelangen kann.

en anderen runden Tiegelofen aus Eisenblech mit Dom **Transportabler Zugofen mit Dom.**
rohr H zeigt Taf. II. Fig. 35 im Aufriss, und Fig. 36 gibt
entlichen Ofen einen Durchschnitt; die Roststäbe p zeigen
Querschnitte. Er ist transportabel und wird von einem
, mit Füssen versehenen Ringe getragen.

Tiegelöfen können mehrfach abweichend construiert sein;
ich bei ihnen ist, dass das Brennmaterial die Tiegel rings
und die zum Verbrennen nöthige Luft durch einen natür-
uftzug zugeführt wird. Man wendet bei ihnen meist nur
tes Brennmaterial an.

Dimensionen der Tiegelöfen richten sich theils nach der **Dimensionen der Zugöfen.**
ugenden Temperatur, theils nach dem zu verwendenden
ateriale, theils nach der Menge der gewöhnlich auf ein-
ufertigenden Proben. Man gibt den Öfen für Bleiproben
Quadrat Querschnitt etwa 1′ Tiefe und Öfen für Kupfer-

Zinn- und Eisenproben bei 1′ Quadrat Querschnitt etwa 14″ Tiefe für letztere auch wohl bei 14″ Quadrat Querschnitt 2′ Tiefe.

Je höher der Schlot, um so höher steigt im Allgemeinen durch den bewirkten stärkeren Luftzug die Temperatur; je schwerer entzündlich das Brennmaterial und je höher die Hitze gesteigert werden soll, um so tiefer muss der eigentliche Feuerraum (d. h. der Abstand zwischen Rost und Gicht) sein. Es variieren jedoch diese Verhältnisse, namentlich die Weite des Feuerungsraumes, nach der Menge und Grösse der aufzunehmenden Tiegel. Man setzt, wo viele Proben anzufertigen sind, gern 12 und mehr Tiegel zugleich ein. Die Tiegel dürfen nicht näher nebeneinander gestellt werden, als dass zwischen allen das Brennmaterial in genügend grossen Stücken ungehindert niedersinken kann; auch zwischen Tiegeln und Ofenwand muss hierzu Raum bleiben.

Mit der Grösse des Feuerraums muss die Weite des Schlotes und des Fuchses, oder beim Gebrauche der Kuppel (des Doms) die Weite der Zugröhren im Verhältnisse stehen. Der Querschnitt des Schlotes wird nie grösser genommen, als die Hälfte des Querschnitts des Fauerraums beträgt; unter $^1/_4$ der Grösse des Querschnitts vom letzteren wird er wohl sehr selten oder nie gewählt, weil dann der Zug zu sehr geschwächt ist; dasselbe tritt ein, wenn Fuchs und Schlot zu weit sind.

Die Entfernung der Roststäbe von einander muss mit der schwerern Entzündlichkeit des Brennmaterials etwas grösser werden; sie muss am grössten sein bei Cokes, welche viel und leicht schmelzbare Asche geben, doch macht man sie nie so gross dass noch nutzbare Stücke des Brennmaterials hindurchfallen können. Die Roststäbe werden dreiseitig construiert und liegen mit einer Kante nach dem Aschenfall zugekehrt. Je weiter der Feuerraum und je höher die Temperatur ist, um so stärker muss der Querschnitt der Roststäbe gewählt werden; bei sehr grosser Weite des Ofens legt man wohl noch einen oder zwei Unterstützungsstäbe quer unter den Roststäben durch. Man macht die Roststäbe jedoch nie unnöthig stark, weil dadurch der Querschnitt der Fläche, durch welche Luft zutreten kann, vermindert und so die Wirkung des Ofens geschwächt wird.

Die Weite des Aschenfalles richtet sich nach der des Feuerraums. Die zu ersterem führende Thür ist geschlossen, wenn die Luft durch einen Kanal zugeführt wird.

Die in der Zeichnung des Tiegelofens Fig. 34 angegebenen Dimensionen genügen zu der Temperatur, welche Kupferproben erfordern, wenn man den Schlot 7—10 Fuss hoch macht; zu Bleiproben bedarf man nur einen um etwas niedrigeren Schlot.

Bei einem Einsatze von wenigstens 6 Tuten muss sich in der Zeit von ½ Stunde eine Temperatur hervorbringen lassen, bei welcher in jeder der Probiertuten 1 Probiercentner Kupfer unter einer leichtflüssigen Schlacke vollkommen in Fluss geräth.

Den Tiegelöfen zu Eisensteinsproben gibt man einen mindestens 18—20 Fuss hohen oder einen noch höheren Schlot, und verlangt man eine noch höhere Temperatur, so muss auch im Verhältnis der Schlot noch erhöht werden. Der Schlot des Hauptzugofens im Clausthaler Laboratorio ist etwas über 45 Fuss hoch; er ist aus runden Backsteinen erbaut und zwar im untern Theile seiner Höhe aus feuerfesten Thonbacksteinen. Um gegen Feuersgefahr durch ihn im Gebäude gesichert zu sein, ist er in seiner ganzen Höhe noch mit einer Ummantelung von runden ordinären Backsteinen umgeben, so dass sich zwischen Ummantelung und eigentlicher Schlotmauer ein 1½ Zoll weiter leerer Raum befindet. Ummantelung und Schlotmauer sind durch einzelne, in beide eingreifende Backsteine mit einander, der festeren Construction wegen, verbunden. Die Ummantelung, welche im Gebäude an keine Mauer anlehnt, kann rings umgangen werden. Es befinden sich in ihr mehrere kleine Öffnungen, welche mit dem leeren Raume zwischen Schlot und Ummantelung communiciren und durch eingelegte Backsteinstückchen für gewöhnlich dicht verschlossen sind, so dass einestheils die Luftcirculation die Schlotmauer abkühlt, anderntheils selbst dann keine Feuersgefahr zu fürchten sein würde, wenn der Schlot bersten und in dem gebildeten Risse die Flamme hervortreten sollte.

Der eigentliche Feuerraum wird häufig so construiert, dass das denselben zunächst begrenzende Futter aus feuerfesten Steinen bestehen lässt, welche ausgewechselt werden können, ohne das äussere Mauerwerk (Rauhgemäuer von ordinären

Bocksteinen) zu beschädigen. Zwischen Futter und Rauhge
lässt man wohl etwas Raum, welcher mit Asche, Sand, k
Backsteinstückchen &c. ausgefüllt wird.

Der Schlot ist mit einer beweglichen Klappe oder
Schieber versehen, um den Luftzug regulieren, d. h. ermä
zu können. Auch kann man auf den Schlot einen Hut von
geflecht bringen, um etwa durch den Zug vom Brennma
mit aufgerissene grösse Funken zurückzuhalten.

nstellen der Tiegel. Der Tiegel darf nur dann unmittelbar auf den Rost g
werden, wenn er mit einem Fusse versehen ist; ist diese
der Fall, so wird er auf einen 1—2½ Zoll hohen Untersatz
von feuerfestem Thon gestellt, der jedoch nicht breiter sei
als dass er dem Tiegel einen sichern Stand gewährt, w
sonst den Rost rings um den Tiegel bedecken und den L
tritt hindern würde. Dicht über dem Roste erreicht die
peratur nie die Höhe, wie etwas über demselben, wo di
schon durch eine Schicht glühendes Brennmaterial passier

ennmaterial Zu der Arbeit in kleinen Tiegelöfen wendet man nur
kohlen, am liebsten Buchenholzkohlen an. Nur w
Schmelzversuchen die höchste Temperatur erzeugt werde
wie zu den Proben auf Roheisen, benutzt man

ugöfen mit Cokes; doch genügen zu letzterem Zwecke auch Holzk
olzkohlen- selbst fichtene, ganz vollständig. Nur zum Anfeuern der T
nd Cokes- öfen kann man wohl etwas unverkohltes Brennmaterial (bes
euerung. Torf) benutzen. Cokes und Kohlen müssen in für den
passende (etwa kaum eigrosse) Stücke gleichmässig zer
sein und nie in so grossen Stücken aufgegeben werden
sich diese im Ofen sperren und ein gleichmässiges Nieder
zwischen den Tiegeln erschweren oder ein Nachstockeln
machen, durch welches leicht Tiegel umgeworfen werden k
noch auch in so kleinen Stücken, dass der Zug erschwer
gehemmt wird.

ugöfen mit Einen Tiegelofen von ganz abweichender Construction
teinkohlen- für die Feuerung mit Steinkohlen eingerichtet, gibt Plat
feuerung. in dem pag. 31 angezogenen Jahrbuche an. Er dient in Frei
zur Anstellung der Blei-, Schwarzkupfer-, Zinn- und Rohsteinp
Er ist dem in Fig. 26—33 gezeichneten Muffelofen sehr ä

construiert und unterscheidet sich von ihm hauptsächlich nur dadurch, dass er keine Muffel enthält und oberhalb des Rostes andere Dimensionen hat.

Die Taf. II. Fig. 37 gibt einen der Fig. 28 entsprechenden Durchschnitt dieses Ofens zur Schmelzung in Tiegeln (Tuten). In einer Entfernung von 12 Zoll vom Roste nach oben liegt auf zwei, aus feuerfester Thonmasse gefertigten Tragsteinen a a, die von der einen Seite des Ofens eingelegt und befestigt werden, eine dergleichen Platte b, auf welcher 14 Stück Probiertuten Platz finden. Von dieser Platte haben die vier aus feuerfesten gebrannten Thonziegeln senkrecht aufgeführten Seitenmauern 2 Zoll Abstand. Der Raum, in welchem die Probiertuten zu stehen kommen, ist von der Thonplatte ab bis an das flache, aus feuerfesten Thonziegeln geschlossene Gewölbe c, durch welches eine Öffnung geht, die unmittelbar mit der Probierofenesse in Verbindung steht, so hoch, dass von den Deckeln der Probiertuten an bis an dieses Gewölbe noch 2 Zoll frei bleiben. In der vordern oder Stirnmauer befindet sich eine Öffnung d, durch welche die Probiertuten eingesetzt und wieder herausgenommen werden, welche Öffnung aber während des Schmelzens der Proben durch einen gut passenden Vorsetzstein (ähnlich Fig. 31 und 32), der mit einem Hebehaken Fig. 33 gehandhabt werden kann, verschlossen wird. Auch gestattet diese Öffnung die Herausnahme der unbrauchbar gewordenen Thonplatte, so wie das Einlegen einer neuen dergleichen Platte. Die Probieresse ist, da bei den Freiberger Hütten ein solcher Ofen ebenfalls mit einem Luftkanal in Verbindung steht, eben auch nicht höher und weiter, als bei dem Muffelofen zu Silberproben; sie muss aber höher aufgeführt werden, sobald kein tiefer liegender Luftkanal angebracht werden kann oder soll. Bei dieser Construction tritt die Flamme der Steinkohlen, welche auf dem Roste erzeugt wird, zwischen den vier Seitenmauern und der Thonplatte in den zur Aufnahme der Proben befindlichen Raum, so dass sie in denselben an allen Punkten einen und denselben Hitzegrad hervorbringt. Ist die Thonplatte mit Probiertuten besetzt, so werden dieselben von der Flamme unmittelbar getroffen und können nach Erfordernis so stark erhitzt werden, dass die in denselben

befindlichen Beschickungen für Blei-, Schwarzkupfer-, Zinn- Rohsteinproben vollkommen schmelzen und dieselben Resu liefern, wie in einem gewöhnlichen Tiegelschmelzofen bei kohlenfeuerung.

Was die Feuerung und die Zeit betrifft, wie lange der chen Proben im Ofen stehen bleiben müssen, so ist nach Platt dabei Folgendes zu beobachten: Zuerst wird der Ofen mit angefeuert und dann mit Steinkohlen die Hitze verstärkt, bi Thonplatte und die Brandmauern eine mässige Rothglühl zeigen, wozu ungefähr $1\frac{1}{4}$ Stunde Zeit erforderlich ist. Gib zulezt aufgeschüttete Portion Steinkohlen keine Flamme m oder ist dieselbe nur noch so kurz, dass sie nicht mehr übe Thonplatte heraustritt, so kann das Einsetzen der Proben folgen. Nachdem die Proben eingesetzt sind und die Eintr öffnung verschlossen worden ist, lässt man die Proben unge 10 Minuten lang stehen, ohne Kohlen aufzuschütten. In di Zeit werden die Probiertuten nach und nach bis zum schwachen R glühen erhitzt und sind dann zur Ertragung eines stärkeren Fe vorbereitet, so dass sie keine Risse bekommen und die Pro selbst nicht verunglücken. Nach Verlauf der angegebenen wird mit Steinkohlen stark gefeuert. Haben die Pro circa 1 Stunde im Ofen gestanden, so werden sie herausgenom und kann nun eine weitere Abtheilung Proben eingesetzt wer zu deren Schmelzung man eine geringere Menge Steinkohlen Feuerung verbrauchen wird, da indessen der Ofen heisser worden ist.

§. 5. Destillieröfen.

Construction. Die Erhitzung der Retorten oder Röhren zu den Z Quecksilber-, Arsen-, Schwefelproben &c. kann in den Zug zu Tiegelschmelzungen geschehen. Es ist dann zu diesem Zwe zum Ein- und Ausbringen der Retorte oder Röhre in der Sei wand des Ofens eine oder mehrere Öffnungen gelassen, we geschlossen sind, wenn man in Tiegeln schmilzt. Bei Fig z. B. kann der Theil der Ofenwand b d weggenommen wer Auf den Rost werden dann ein oder mehrere Untersätze ge und auf diese die Retorte oder Röhre so eingelegt, dass nur ihr

aus der Öffnung b d hervorragt; der übrige Theil der Öffnung wird dann vor dem Anschüren des Ofens vermauert. Gut ist es, wenn der Ofen wenigstens 2 Retorten oder Röhren, zur Probe und Gegenprobe, fassen kann. Man hat dahin zu sehen, dass der ganze Bauch der Retorte gleichmässig erhitzt wird und nicht etwa die obere Wölbung so schwach, dass sich hier Sublimate ansetzen können.

Der Zugofen muss so eingerichtet sein, dass er die für den Prozess nöthige Hitze leicht erzeugen lässt.

Quecksilb destillierc

Wo viele Destillationsproben anzufertigen sind, hat man besondere Destillieröfen erbaut. Fig. 38—40 zeigt den zu Idria für die Quecksilberproben angewandten Destillierofen, wie er von Wehrle (Bd. I. pag. 24 seiner Probier- und Hüttenkunde) beschrieben wird. Taf. III. Fig. 38 zeigt diesen Ofen, welcher 26 Röhren fasst, von denen eine jede 100 Loth Civilgewicht des Probierguts aufzunehmen vermag, im Aufrisse, Fig. 30 gibt von ihm einen horizontalen und Fig. 40 einen verticalen Durchschnitt. Es bezeichnet: a den Heitzraum; b den Rost; c den Aschenfall; d das Gemäuer; e einen über dem Roste angebrachten Luftkanal; f das eiserne bewegliche Gewölbe; g in der Seitenmauer angebrachte Öffnungen; h die Fuchsöffnung; i die Esse; k Röhren zur Aufnahme des Probierguts; l das Gewölbe, auf welchem der Heerd ruht und m eine Kette, mittelst welcher das bewegliche Gewölbe abgehoben werden kann.

Destillieröfen gleicher oder ähnlicher Construction würden sich für Zink-, Arsenproben &c. recht gut benutzen lassen, wenn, namentlich für Zinkproben, der Ofen eine genügend hohe Esse besitzt. Die Feuerung eines solchen Ofens geschieht mit unverkohltem Brennmateriale, Steinkohlen oder gedörrtem Holze.

Zugdestil ofen.

Der Taf. II. Fig. 35 in der Vorderansicht und Fig. 36 im Durchschnitt gezeichnete Tiegelofen ist zugleich zu Destillationen eingerichtet. a b c d ist der eigentliche aus Eisenblech angefertigte und mit Thon beschlagene Ofen (pag. 37); bei a b hat er einen starken Ring von Eisenblech, auf welchem die bewegliche Haube H mit Zugrohr ruht. Die Haube (Dom) hat eine Thür zum Nachgeben der Kohlen; auf das Zugrohr kann nach Erfordernis noch ein zweites und drittes Rohr gesteckt werden, um höhere Hitze

hervorzubringen. Der ganze Ofen ist mit Hülfe der Griffe r transportabel. Der Rost p besteht hier gewöhnlich nicht aus einzelnen Stäben, sondern ist aus Gusseisen in einem Stücke gegossen und ruht mit seinem äussersten Ringe auf an den Ofen genieteten Trägern e e. Der Aschenfall kann durch eine Thür verschlossen werden, welche noch eine zweite kleinere enthält. Über dem Roste p befinden sich zwei eiserne Träger n n, welche durch die Vorderwand weggenommen werden können, wenn der Ofen zu Tiegelschmelzungen gebraucht werden soll; sie dienen zur Unterstützung der Retorte R. Der Retortenhals geht durch die im obern Ofentheile angebrachte Öffnung, welche durch die Thür y verschlossen werden kann. Soll die Destillation oder sonst eine Glühung in einer Röhre vorgenommen werden, so kann man solche durch die beiden Öffnungen, welche durch die beiden kleineren Thüren x x verschliessbar sind, durch den Ofen hindurch legen. Eine für gewöhnlich gut verschlossene grössere Thür B gestattet bei aufgesetzter Haube noch einen leichten Zugang zu dem Ofen oberhalb des Rostes.

Ein solcher Destillierofen kann auch zu Destillationen von Flüssigkeiten (Wasser, Säuren &c.) aus dem Sandbade gebraucht werden. Zu diesem Zwecke wird dann auf den Ofen Taf. III Fig. 36. zunächst ein Ring von Eisenblech Fig. 41 aufgesetzt. Dieser Ring hat einen solchen Durchmesser, dass er genau auf den oberen Ring a b des Ofens passt und von diesem getragen wird. In ersteren Ring passt genau die Sandcapelle Fig. 42. i ist der zur Aufnahme des Retortenhalses bestimmte Ausschnitt und k k k k sind runde Öffnungen, durch welche der Zug des Ofens bewirkt wird, welche durch Schieber verschliessbar sind und dadurch eine Vermehrung oder Verminderung der Hitze gestatten. Retorten, welche in dieser Sandcapelle erhitzt werden, destillieren mit grosser Sicherheit, weil man die Regulierung der Hitze sowohl durch die Menge des Brennmaterials, als auch durch das Öffnen oder Schliessen dieser Zugöffnungen bewirken kann. Die Destillation wird noch beschleunigt, wenn man über die Retorte in der Sandcapelle noch einen schalenförmigen Helm von Eisenblech stellt, welcher mit dem Ringe Fig 41 gleichen Durchmesser hat, weil hierdurch die Abkühlung des oberen Retorten

gewölbes durch die Luft verhindert wird. Statt der Sandcapelle Taf. III. Fig. 42 kann man auch eine andere Sandcapelle mit flachem Boden und auch grösserem Durchmesser auf den Ring Fig. 41 stellen und solche zum Abdampfen, Digerieren &c. benutzen.

In einzelnen Fällen, und wenn keine höhere Temperatur erfordert wird, kann aushülfsweise jeder Muffelofen als Destillirofen dienen. Nach weggenommener Muffel dient die Öffnung für den Muffelhals in der Vorderwand des Ofens als Öffnung für den Retortenhals; die übrige Öffnung wird dann leicht vermauert.

Gebläse-destillierofen.

Zinkproben verlangen die höchste Hitze, eine höhere als ein Tiegelofen, der nur die zu Kupferproben erforderliche Temperatur erzeugt, gewährt. Ist man daher in der Wahl der Tiegel- und Destillieröfen beschränkt, so kann man die Retorte zu einer Zinkprobe wohl auf untergelegtem Untersatz in die Probieresse setzen; doch muss dann diese am besten die Gebläseluft durch mehrere Düsen zugeführt erhalten, weil sonst keine gleichförmige Erhitzung möglich ist und die Retorte leicht da, wo sie der einen Form gegenüber liegt, durchfressen wird. Man hat dann überhaupt den Wind nur mässig und mit geringster Pressung anzuwenden.

§. 6. Probieresse und Gebläseöfen.

Allgemeines.

In ihnen steht die für den Probierer erforderliche höchste Temperatur zu erzeugen. Sie sind aus den gewöhnlichen Schmiedeessen entstanden und jede Schmiedesse kann im Nothfalle für einzelne Proben benutzt werden, wenn man den Heerd durch einen Kranz oder eine Ummauerung bis etwas mehr als zur Höhe des Tiegels zum Zusammenhalten der Kohlen umgibt.

Construction einer Probieresse.

Die Probieresse besteht aus einem niedrigen, am besten runden Schachte, in dessen unteren Theil Gebläseluft durch eine oder weit vortheilhafter durch mehrere Formen eingeleitet wird. Sie ist unter einen gut ziehenden Rauchfang zu bauen. Ein 4seitiger Schacht verursacht unnöthiges Verglimmen der Kohlen in den Ecken.

In den gewöhnlichen Fällen beträgt die innere Tiefe des Heerdes (die Höhe des Schachtes) 15—22 Zoll und die Weite im

Durchmesser 10—20 Zoll; doch wechseln beide Dimensionen nach vorhandener Windmenge, der Zahl und Grösse der Tiegel und der zu erzeugenden Temperatur, so wie auch nach dem Brennmateriale. Cokes verlangen das kräftigste Gebläse und lassen die höchste Hitze erreichen. Es können jedoch nur solche angewendet werden, die einen geringen Aschengehalt haben.

Mehr als 4 Tiegel pflegt man nicht in den Heerd zu setzen und soll die unter den Umständen möglichst hohe Hitze gegeben werden, so wird in den dann mit geringer Weite construierten Schacht nur ein Tiegel eingesetzt.

Ein lederner Doppelblasebalg von etwas grösseren Dimensionen, als solche für die gewöhnlichen Schmiedeessen gebraucht werden, ist völlig genügend, da durch ihn eine Temperatur zu erreichen steht, in der die feuerfesten Tiegel nicht mehr aushalten. Übrigens ist es völlig gleichgültig, auf welche Art die nöthige Windmenge mit der nöthigen Pressung erzeugt wird; doch hat man sehr dahin zu sehen, dass durch die Aufstellung des Gebläses im Laboratorio nur ein sonst entbehrlicher Raum in Anspruch genommen wird.

Die Formen liegen, wie auch die Düsen, wagerecht und so hoch, dass der Windstrom, in grader Richtung fortgehend, die Tiegel in der Höhe oder nur wenig unter derselben trifft, wo sich in ihnen die geschmolzene Masse (der Metallkönig) ansammeln soll. Man gibt den Formen einen solchen Abstand von der Sohle des Schachtes, welchen man für die passenden Tiegel als den höchsten ansehen muss, da man bei kleineren Tiegeln leicht durch Unterlagen die Entfernung der Formen vom Boden vermindern, als die Formen selbst tiefer legen kann.

Sind die Tiegel nicht mit einem Fusse versehen, so müssen sie auf feuerfeste Thonsteinunterlagen (Käse) gestellt werden. Unterlage und Tiegel trennt man durch etwas aufgestreute Knochenasche, Sand oder Kohlenstaub (oder auch mehrfache Papierlage), um ein Zusammenhaften (Anbacken) zu verhindern. Der Raum dicht über dem Boden des Schachtes dient zur Ansammlung der Asche aus dem Brennmateriale.

Der innere Heerd des Probieresse wird aus, am besten runden, feuerfesten Thonsteinen erbaut und zwar so unabhängig

Rauhgemäuer, dass er leicht ohne letzteres zu beschädigen gebaut oder repariert werden kann. An der Vorderseite erder Heerd kein Rauhgemäuer, da er hier öfters zur Reinider Formen, zum Wegnehmen auf dem Boden oder an den en angeschmolzener Massen &c. aufgebrochen werden muss. feste Sandsteine nimmt man nicht so gern zum Heerdma-, weil sie leichter Risse erhalten als gute Backsteine, und isserdem durch das bei ihnen nöthige Behauen und Beln gewöhnlich theurer kommen. Die Backsteine müssen nau glatt und nach der Chablone richtig gearbeitet sein, sie keinen oder nur sehr wenig frischen feuerfesten Thon ndemittel verlangen.

ie Gebläseluft, welche aus dem Gebläse zunächst in Sammelkasten (Regulator) geht, wird aus diesem durch so viele Röhrenleitungen und Düsen dem Heerde zugeführt, eser Formen hat. Jede Röhrenleitung kann noch mit einem oder sehr genau passenden Schieber versehen sein, um indmenge regulieren zu können. Vier gleichmässig im Umdes Heerdes vertheilte Formen und Düsen sind hinlängr Erzeugung einer an allen Punkten des runden Heerdes mässigen Erhitzung. Man hat bis 8 Düsen vorgeschlagen; solche Anzahl dürfte aber nur für die weitesten Heerde . Man lässt die gewöhnlich runden Formen nicht in den hinein vorragen und macht sie mit der Mauer gleich. Man hrer Öffnung (Maul) nicht unter $^1/_3$ und nicht über 1 Zoll messer. Nie darf ein Tiegel unmittelbar vom Luftstrome fen werden; zwischen Formmaul und Tiegel muss sich stets inige Zoll starke Schicht des glühenden Brennmaterials be-. Auch dürfen, werden mehrere Tiegel eingesetzt, solche so nahe aneinander gestellt werden, dass zwischen ihnen Brennmaterial niedersinken kann. Cokes oder Kohlen n zu passender Grösse (zu etwa $1^1/_2$—3 Cubikzoll grossen en) sehr gleichmässig zerkleint sein; auch ist der Heerd mit ihnen angefüllt zu erhalten. Nach dem Einstellen der werden beim Füllen des Heerdes zunächst einige glühende n vor die Form gelegt und nun die Luft sehr sparsam und ngeren Unterbrechungen zugeblasen, so dass Kohlen und

Tiegel erst sehr langsam durchglühen; später ist auch k
augenblickliche Unterbrechung des Gebläses zulässig. Die P
sung des Windes hat man dadurch zum Theil in der Gew
dass man den Balg mit mehr oder weniger Gewicht beschw

Die Probieresse im metallurgischen Laboratorium
Clausthal hat 15″ Tiefe und 12″ Durchmesser. 3″ über
Boden münden 4 Düsen von $^3/_4$″ Durchmesser ein, welche
Wind durch ein $3^1/_2$″ weites Blechrohr aus einem Blasbalg
Reservoir erhalten. Dieser hat am Kopfe 1′ 5″ und am breit
Ende 4′ Breite und 5′ Seitenlänge. Die im Boden liege
beiden Ventilöffnungen sind 6″ lang und 4″ breit.

Man hat mehrfach Gebläseöfen von besonderer Cons
tion zur Erzeugung der höchsten Hitzegrade angewendet, die
sämmtlich in dieser Beziehung in ihrer Wirkung eine 4d
gut eingerichtete Probieresse durchaus nicht übertreffen.

Sefströms Gebläseofen.

von ihnen, der Gebläseofen nach Sefström [1]), hat
besonderen Ruf erhalten. Er ist zwar complicierter eingeri
als eine Probieresse, auch leichter öfteren Reparaturen u
worfen, hat aber den Vorzug, transportabel zu sein, und
diesem Grunde möchte für manche Localität die Anwendung
ses Gebläseofens vorgezogen werden. Taf. III. Fig. 43 zei
im verticalen Durchschnitte, Fig. 44 im Grundrisse. Zwei
centrische, mit Böden versehene Cylinder sind unter sich
mit einer ringförmigen Platte so verbunden, dass ihr Ab
3 Zoll beträgt. Man kann die Vorrichtung aus Gusseisenpl
oder starkem Eisenblech herstellen, jedenfalls aber müssen
Verbindungen luftdicht sein. In den Raum zwischen dem äu
Cylinder A A und dem innern B B tritt durch die Leitung
Gebläseluft ein und wird durch die 8 Öffnungen a a in
Schmelzraum im inneren Cylinder geleitet. Dieser ist mit e
Kranze feuerfester Steine D ausgesetzt, oder aus einem
menge von 1 Theil feuerfestem Thon und 3—4 Th
gesiebtem Quarzsand aufgestampft. Die 8 Öffnungen h

[1]) Annalen der Physik und Chemie von Poggendorff, Bd. XV, S
Die angegebenen Massen beziehen sich auf Schwedische Duode
zolle, von denen 74 = 70 Zoll Rheinl. 1 Fuss Rheinl. =
Calenberger Fuss.

an ihrer Mündung in den inneren Cylinder einen halben Zoll Durchmesser und werden am zweckmässigsten durch 8 konische Röhren von starkem Eisenblech gebildet, da sie dann leichter gereinigt werden können, als wären sie bloss in den Backsteinen ausgespurt. Der ganze Ofen wird in einen Heerd des Probierraums eingesetzt (oder eingemauert) und zwar so, dass er bedeckt werden kann, wenn man den Heerd auf andere Weise benutzen will. Wesentlich ist es, dass das Brennmaterial eine ganz entsprechende, gleichmässige Beschaffenheit hat. Sefström schreibt vor, Fichtenkohlen zu zerkleinen und sie zunächst durch ein Sieb mit $1\frac{1}{4}$ □Zoll grossen Öffnungen fallen zu lassen, sodann alle Stücke als unbrauchbar auszusieben, welche ein zweites Sieb mit $\frac{5}{8}$ □Zoll grossen Öffnungen (Maschen) durchfallen lässt. So vorgerichtete Kohlen setzen sich während des Blasens von selbst nieder und bedürfen keines Niederstockelns. Soll der Ofen gebraucht werden, so streut man etwas Knochenasche auf den Boden, legt ein altes Stück eines feuerfesten Backsteins darauf und auf letzteres werden dann 1—4 Tiegel gestellt. Als Brennmaterial kann jede gute Holzkohle, selbst wenig Asche gebende Cokes benutzt werden. Kersten gibt an, dass er durch Anwendung von erwärmter Gebläseluft eine noch grössere Wirkung dieses Ofens erhalten habe.

An der Bergwerksschule zu Fahlun [1]) hat man seit einigen Jahren den Sefströmschen Ofen nebst den nöthigen Apparaten für Eisenproben um vieles verkleinert, die Anzahl der Schmelztiegel vermehrt und dadurch die Kosten der Apparate und des Probierverfahrens bedeutend vermindert. Der verjüngte Sefströmsche Ofen, welcher zur Beobachtung der Windpressung mit einem Quecksilbermanometer versehen ist, hat im Lichten $4\frac{1}{4}$'' Hannov. Durchmesser und gleiche Höhe. Die feuerfeste Masse im innern Cylinder ist 1'' dick, und innerer und äusserer Cylinder stehen $\frac{1}{2}$'' an den Seiten und 1'' am Boden von einander ab. Die ganze Höhe beträgt $6\frac{1}{4}$'' und der äussere Durchmesser circa $7\frac{1}{2}$''. Etwa $1\frac{3}{4}$'' über dem Boden des innern Cylinders befinden sich 8 Düsen. Der Ofen kann noch mit einem cylindri-

[1]) Tunners Jahrb. 1853, p. 252.

schen Aufsatze von 2¾" Höhe versehen werden und fasst 6 Ti
(Taf. III. Fig. 70). Man bläst bei einer solchen Einrichtung bei E
steinsproben etwa ½ Stunde lang und verbraucht ½ Cubi
Holzkohlen von ½ Cubikzoll Grösse, während bei dem alt
Verfahren 4 Tiegel eingesetzt wurden, man nahe 1 Stunde b
und über 3 Cubicfuss etwas grössere Holzkohlen brauchte.

Deville's Platinschmelzofen.

Henri Sainte-Claire Deville [1]) bedient sich z
Schmelzen und Verflüchtigen des Platins eines besonders ei
richteten Ofens mit passend ausgewählter Kohle. Der App
ist ein Laboratoriumofen von 30 Centim. Höhe und 28 Cen
Breite und steht auf einer durchlöcherten Gusseisenplatte, d
Löcher im Kreise 5 Centim. vom Mittelpunkte entfernt s
Das Ganze wird mit dem Rohr eines Schmiedeblasbalges in
bindung gesetzt. Das Brennmaterial muss sehr zertheilt und
porös sein, am besten eignen sich Rückstände von der un
kommenen Verbrennung der Steinkohlen (Cinders), nachdem
Asche davon abgesiebt worden. Mit guten Cokes in kle
Stücken ist die Wirkung viel geringer.

Nach einigen Minuten Blasen erlangt die Temperatur
Maximum; sie existiert aber mit dieser Intensität nur in e
kleinen Höhe, es bildet sich darüber Kohlenoxydgas in ans
licher Menge und es entsteht eine sehr lange, wenig h
Flamme. Die besten Tiegel verwandeln sich in ein vollkom
flüssiges Glas und nur Tiegel von reinem, gut gebranntem
halten aus.

Probieressen mit Rost.

Man hat wohl den Boden der Probieresse mit ein
Roste versehen und lässt das Gebläse unter demselben in
darunter angelegten Aschenfall einmünden; bei übrigens gleic
Umständen liefern aber diese Öfen nicht ganz die Hitze, wel
bei der gewöhnlichen Probieresse erreicht wird, und da aus d
Heerde nach jedesmaligem Gebrauche, der gewöhnlich nur ein
Stunden anhält, die Asche leicht fortgeschafft werden kann, so
zur Erzeugung der höchsten Temperatur ohnehin keine vi
Asche gebenden Cokes genommen werden dürfen, so ist die
Einrichtung keinesweges vorzüglicher. Annehmbarer dage

[1]) B. u. H. Ztg. 1853, p. 537. — Erdm. J. f. pr. Ch. LVIII. 319. Dingl. CXXVII. 114.

erscheint der Vorschlag, bei der gewöhnlichen Art der Windzuleitung statt der Sohle einen Rost über einen sonst geschlossenen Aschenfall zu legen, und dient der Rost dann allein, um Asche und Brennmaterial zu trennen.

Tiegelöf
mit Gebl

Für die Fälle jedoch, wo man auf die Erzeugung der höchsten in einer Probieresse zu gewinnenden Hitze verzichtet, kann ein Tiegelofen mit Gebläse sehr anwendbar sein, da sich in ihm noch eine Hitze erzeugen lässt, welche zur Anstellung der Proben auf ausbringbaren Roheisengehalt, aber nicht mehr zu Beschickungs- und Schmelzproben völlig genügt. Eine Einrichtung dieser Art ist in früherer Zeit [1]) auf einigen Harzer Eisenhütten zu den Proben auf Roheisen gebräuchlich gewesen und würde auch sehr gut für mehrere andere Proben, z. B. auf Schwarzkupfer, Zinn &c., passen. Taf. III. Fig. 45 und 46 zeigt die Einrichtung, wie sie auf einigen Harzer Eisenhütten benutzt worden. Fig. 46 gibt einen Durchschnitt und Fig. 45 einen Grundriss. In einen grossen gusseisernen Topf tritt am Boden die Windleitung a ein. In 4 Zoll Entfernung vom Boden liegt auf angegossenen Trägern b b ein gusseiserner, mehrfach durchbrochener Rost c, auf welchem 12 Eisensteinsprobiertuten Platz finden können. Der Topf ist oberhalb des Rostes mit feuerfestem Thone oder Lehm bekleidet, welcher an vielfach aus den Topfwänden hervorstehenden angegossenen Stiften (oder Federn) haftet. Die Plätze x x x, auf welche die Tiegel gestellt werden müssen, sind wie der Grundriss Fig 45 zeigt, an ihrer Peripherie mit Öffnungen im Roste umgeben, welche $1\frac{1}{4}$ Zoll lang und $\frac{5}{12}$ Zoll breit sind, und um den Tiegel herum eine unterbrochene ringförmige Öffnung bilden. Ausserdem sind da im Roste, wohin kein Tiegel zu stehen kommt, noch kleine durchbrochene Öffnungen von reichlich $\frac{1}{4}$ Zoll im Durchmesser. Durch diese Öffnungen im Roste werden die Tiegel ziemlich gleichförmig erhitzt; dieses würde aber in noch höherem Grade erreicht werden, wenn man die Gebläseluft durch mehrere Öffnungen unter den Rost eintreten liesse. Jetzt werden die Tiegel, welche an der Seite des Topfes stehen, in welcher der Wind eintritt, etwas weniger, als an der

[1]) Eisenhütten-Magazin von Tölle und Gärtner 1791, p. 29, 177.

gegenüberstehenden Seite erhitzt, weil der Windstrom anfänglich seiner horizontalen Richtung, mit welcher er in den Aschenfall eintritt, folgt. Im Topfe befindet sich noch die verschliessbare Öffnung r zum Wegnehmen der Asche. Die Roheisenproben pflegen nach 1 bis 5/4 stündigem Gebläsewechsel gut geschmolzen zu sein.

Man kann jeden Tiegelofen und danach auch einen bereits in einen Tiegelofen umgeänderten Muffelofen als Gebläsetiegelofen benutzen, wenn man bei ihnen das Gebläse in den luftdicht verschlossenen Aschenfall unter den Rost leitet. Es wird dann der Schlot oder die Kuppel mit Rohr überflüssig. Das Benutzen eines Ofens zu so vielerlei Zwecken (das Benutzen als mehr oder weniger Universalofen) ist jedoch durchaus nicht zu empfehlen und kann nur da etwa räthlich sein, wo überhaupt nur selten und sehr wenige Proben anzufertigen sind.

Ein hessischer Schmelztiegel lässt sich als kleiner Gebläseofen vorrichten, indem man in denselben z. B. mittelst des Blasbalges eines Glasbläsertisches, gepresste Luft einleitet. (Taf. III. Fig. 47.)

§. 7. Abdampf-, Digerier- und Trocknungsfeuer.

Allgemeines. Jede genügend erwärmte Platte, deren Temperatur geregelt werden kann, welche geschützt ist vor auffallendem Staube d und ausserdem so gestellt ist, dass die sich bildenden Gasarten schnell, vollständig und ohne Belästigung abziehen, ist zur Aufnahme der Gefässe zum Digerieren, Abdampfen, Trocknen & brauchbar.

Sandbäder. Ein gutes Kohlenbecken, über welches man ein starkes Eisenblech und auf solches ein Muffelblatt oder trocknen reinen Sand legt und welches unter einem scharf ziehenden Schlot steht, kann brauchbar sein und reicht für viele Fälle aus. Vortheilhaft ist es, mit 3 Füssen versehene Stative zu haben, welche Ringe von verschiedenen Durchmessern oder auch eine Platte tragen, unter welche das Kohlenbecken gestellt wird. Ein gewöhnliches Küchenfeuer für viele dieser Arbeiten benutzt werden kann, zeigt Taf. III. Fig. 48. A ist der Aschenfall des Küchenfeuers, i der Rost und l der mit Kohlen gefüllte Raum. Über den Heerd wird ein eiserner Dreifuss (Stativ

welcher sogleich bei grössern Arbeiten die Abdampfschale r tragen kann. Über beiden steht ein grösserer Dreifuss oder Ring p, welcher einen Hut mit Rohr R trägt. Diesem Hute mit Rohr, beweglich durch die Handhabe G, gibt man eine solche Höhe, dass zur Abführung der Dämpfe und Gase in den allgemeinen Rauchfang ein genügend scharfer Zug entsteht. Man kann den Ring oder Dreifuss p noch mit einem Muffelblatte über der Abdampfschale bedecken, damit in letztere kein Staub &c. aus dem Rohre zurückfallen kann. Will man in einer kleineren Schale über freiem Feuer abdampfen, so legt man auf den grösseren Dreifuss o zunächst einen kleineren n und dieser trägt dann die Schale. Man sieht leicht, dass man auf den Dreifuss o auch eine Platte, mit aufgebogenem Rande und mit Sand bedeckt, legen kann, um sogleich für Kolben, Bechergläser, Schalen &c. ein Sandbad zu haben.

Kleinere Kolben und Glasgefässe kann man sogleich oder in einer kleinen Sandcapelle über der Spirituslampe erhitzen und sich zum Festhalten derselben der bekannten Stative und Ringe bedienen.

Um kleine Digerierkolben auf eine mit reinem Flusssande bedeckte Platte sicher zu stellen, bringt man den Kolben so in den Sand hinein, dass der Hals desselben mit der Platte einen Winkel von 45—60 Grad bildet. Man erreicht dadurch, dass wenn einzelne Tropfen beim Kochen gerade aufrecht in die Höhe geworfen werden sollten, diese nicht aus dem Gefässe spritzen können.

Gut gekühlte Glaskolben &c. können dem freien Kohlenfeuer (wie z. B. bei den Goldproben gebräuchlich ist) ausgesetzt werden und in diesem Falle ruhen sie in einem Ringe des Stativs, dem man als Boden wohl ein Drahtgeflecht oder ein durchlochertes Blech gegeben hat. Das Stativ hat ausserdem Vorrichtungen (Ringe, Klammern &c.), um den Hals des Kolbens zu halten. Derartige Digerier-Vorrichtungen können sehr mannigfaltig eingerichtet sein; eine derselben zeigt Taf. III. Fig. 49 und Fig. 50. Freies Kohlenfeu

Man muss die beim Digerieren, Abdampfen und Trocknen anzuwendende Hitze nie höher geben, als der Prozess erfordert

und deshalb die Temperatur zu jeder Zeit vermindern oder erhöhen können. Auf welche Art der Ofen Fig. 36 zum Digerieren &c. zu benutzen steht, ist pag. 44 bereits angegeben.

Sollen Filter mit Niederschlägen getrocknet werden, so lässt man sie im Trichter abtrocknen und stellt diesen, nachdem er mit Fliesspapier zugedeckt ist, in einem zerbrochenen Becherglase (Taf. III. Fig. 51) auf das Sandbad oder den Ofen. Auch wendet man auf dem Sandbad stehende, mit Eisendrahtcarres versehene Stative hierzu an.

Das Filter kann man beim Trocknen auf ein Uhrglas legen. Bei der Wägung liegt dasselbe zweckmässig zwischen zwei gut aufeinander passenden Uhrgläsern, die durch eine kleine Zwinge zusammengehalten werden. Dieselbe besteht aus zwei an den Enden zusammengelötheten Kupferstreifen, zwischen welche die Schalen geschoben werden. Bei dieser Vorrichtung kann das Filter während des Wägens keine Feuchtigkeit anziehen.

Wasserbäder. Um beim Abdampfen und Trocknen eine Temperatur anwenden zu können, welche die des siedenden Wassers nicht übersteigt, bedient man sich eines Wasserbades. Taf. III. Fig. 52 und 53 zeigen zwei verschiedene Wasserbäder, von denen das erste mehr zum Abdampfen, das zweite zum Trocknen bestimmt ist. Bei Fig. 52 gibt A einen verticalen Durchschnitt, B eine Ansicht von oben. Ein kupfernes oder porzellanenes halbkugelförmiges Gefäss a b a von etwa 5″ Durchmesser und $2\frac{1}{2}$″ Höhe ist halb mit Wasser angefüllt. Auf die obere Öffnung können Ringe (r und 1, 2, 3) von verschiedener Weite gelegt werden; sie sind dazu bestimmt, eine grössere oder kleinere Abdampfschale c aufzunehmen. Die Temperatur der Flüssigkeit in dieser Schale kann nie 100° C übersteigen, wenn das Wasser im Gefässe a b a auf eine beliebige Art ins Sieden gebracht wird, am besten in gelindes Sieden, um unnöthiges Wasserverdampfen zu vermeiden. Man kann dem Boden des Gefässes a b a auch eine flache Gestalt geben. Statt eine Flüssigkeit in der Schale c abzudampfen, kann man auch Filter darin trocknen. Während des Gebrauches hat man danach zu sehen, dass das Wasser nie völlig aus a b a verdampft, muss nöthigenfalls neue Portionen hinzugiessen.

Von dem Wasserbade Fig. 53 gibt A eine Vorderansicht und
nen Durchschnitt nach der Linie a b in A. Die Einrichtung
ebt aus zwei wasserdicht mit einander verbundenen (zu-
nengelötheten) Kästchen von Kupferblech. In dem inneren
chen c soll ein Raum zum Trocknen hergestellt werden, in
die Temperatur constant 100° C. bleibt. Dieses Kästchen
an der Vorderseite mit einer Thür versehen und sonst
erdicht gearbeitet. In den Raum r r r zwischen den beiden
chen, der ausserdem noch eine Unterstützung für den hin-
Theil des Bodens des inneren Kästchens c enthält, wird
twas mehr als zu ½ der Höhe Wasser gegossen und nun
Boden des äusseren Kästchens auf eine passende Art so er-
at, dass das Wasser ins Sieden kommt und darin bei mäs-
n Aufwallen verbleibt. Auf dem wasserdicht schliessenden
el des äusseren Kästchens sind zwei cylindrische Öffnungen,
eren eine ein Thermometer gestellt werden kann und in
ndere eine gebogene Glasröhre, welche zur Entfernung des
ampfenden und sich theilweise wieder condensierenden
ers dient.

Sollen Körper bei einer Temperatur unter 100° C. getrocknet Exsiccatoren.
den, so bedient man sich dazu der Exsiccatoren. Man
gt die gepulverte Substanz in einem flachen Schälchen n einen
h concentrierte Schwefelsäure oder durch Chlorcalcium trocken
rhaltenden Luftraum. In Fig. 54 Taf. III. ist a eine mattge-
ffene Glasplatte mit aufstehender Glocke b, deren Ränder
Talg bestrichen sind; c Schälchen mit concentrierter Schwefel-
e; d Uhrglas mit der zu trocknenden Substanz. — In Taf. III.
55 ist a ein am Rande abgeschliffenes und mit Talg be-
henes Becherglas mit concentrierter Schwefelsäure oder
rcalcium; b mattgeschliffene Glasplatte mit einem durch einen
d verschlossenen Loche; c an dem Kork befestigtes Draht-
nge, auf welchem das Uhrglas e mit dem Probiergute ruht.
erartigen Apparaten lässt man auch geglühte Substanzen so
erkalten, dass sie gewogen werden können.

Bedürfen Substanzen einer höheren Temperatu ...knen, Luftbad.
100° C, so bedient man sich dazu eines ...II.
56.) Ein Kasten a b von starkem Ku ...g

gelöthet, hat im Deckel eine Öffnung c, durch welche ein in einen Kork eingeklemmtes Thermometer d in den Kasten hineinragt. Auf das Drahtgestell e wird der zu trocknende Körper in einem passenden Gefässe gestellt und bei verschlossener Thür f der Boden des Kastens durch eine Öl- oder Spirituslampe erhitzt. — Ein kleines Luftbad stellt Taf. III. Fig. 57 dar.

Benutzung eines Stubenofens.

Wird das Laboratorium durch einen Stubenofen mit Kochröhre erwärmt, so lässt sich ein solcher Kochofen sehr gut zu manchen Arbeiten, jedoch nicht zum Digerieren, benutzen, wenn man nur dafür sorgt, dass aus der Kochröhre ein besonderes Zugrohr, am kürzesten in die Luftcirculation in den Ofen selbst, abgehet.

Universal-Sandbad.

Die allgemein zweckmässigste Einrichtung zum Digerieren Abdampfen und Trocknen besteht in einem Heerde, welcher mit einer oder mehreren gusseisernen Platten belegt ist und von auserhalb des Zimmers, in dem er steht, geheizt wird, so dass dieses selbst von Kohlenstaub &c. völlig rein bleibt. Auf diese Platte, deren Temperatur man sowohl durch die Stärke des Zuges, als die Menge des Brennmaterials regulieren kann, werden die verschiedenen Arbeiten vorgenommen. Der Heerd steht im Zimmer unter einem besonderen gut ziehenden Schlote der ringsum bis dicht auf die Platte hinabreicht und solche völlig umschliesst. Die Vorderseite des Schlotes, wenn nicht auch die beiden Nebenseiten, ist mit Glasfenstern versehen. Dieses sind entweder Aufschiebfenster oder Flügelfenster, in denen mehrere kleine Flügelscheiben sich befinden. Durch diese Einrichtung ist der Probierer vor den Einwirkungen schädlicher Dämpfe gut geschützt und kann doch die Gefässe zu jeder Zeit im Auge behalten.

Das Sandbad im metallurgischen Laboratorium zu Clausthal besteht aus zwei Abtheilungen. Die eine ist 2′ 5″ lang und 1′ 3″ breit, die andere 12½″ lang und 1′ 3″ breit.

Le Play [1]) hat neue Apparate zum raschen und sicheren Abdampfen von Flüssigkeiten, Fresenius [2]) einen solchen zum Abdampfen, Trocknen und Bereiten von destilliertem Wasser empfohlen.

Probierlaboratorium.

Die Einrichtung eines kleinen Probierlaboratoriums ist aus der Skizze Taf III. Fig 58 zu ersehen. A Mauerwerk, an de

[1]) Le Play, Beschreibung der Kupferhüttenprocesse zu Wales. Deutsch von Hartmann. Quedlinb. und Leipz. 1851. p. 232.

[2]) Erdmann, J. f. pr. Chem. I. 130.

te durch gusseiserne Platten mittelst Bolzen a zusammen-
b Sandbad; c Feuerung für das Sandbad; d Zugofen
uadrat und 1′ Tiefe für Bleiproben; e Zugofen von 1′
und 14″ Tiefe für Kupfer-, Zinn- und Eisenproben; f
ür die Züge der Windöfen und des Sandbades; g Aschen-
ie Zugöfen, mit Schiebern versehen; h Holzkohlenmuffel-
den Seiten mit verschliessbaren Löchern versehen, durch
er Hals einer Retorte hervorragen kann, wenn der Ofen
enommener Muffel als Destillierofen gebraucht werden
können aber auch leicht die Windöfen d und e als Destil-
orgerichtet werden. Der Raum i kann zur Aufstellung
nen Münzprobierofens, eines Kohlenbeckens &c. benutzt
k blecherne oder gemauerte Haube über einer Probier-
en Vorderwand jedesmal mit feuerfesten Steinen aufge-
ird. Sie wird durch einen an der Decke aufgehängten le-
oppelblasbalg durch 4 Düsen mit Wind versorgt; l Gewölbe
ewahren des Brennmaterials; m gemauerter Hut; n Esse.

metallurgische Laboratorium zu Claus-
t 22′ Länge, 18′ Breite und 13′ Höhe. An der hintern
Vand befindet sich in der Ecke links ein grosser Zug-
g. 36), daneben sind zwei transportable Windöfen
) aufgestellt, sowie eine kupferne Blase mit Helm und
nrohr zur Darstellung von destilliertem Wasser. Rechts
der Ecke befindet sich ein Doppelblasebalg (pag. 48)
Probieresse, welche bei 6′ Entfernung von der Hinter-
st mitten im Laboratorium steht. Dieselbe ist aussen
und eben so lang, innen 3′ breit und 2½′ lang bei 10′
ie enthält auf der Sohle einen Gebläseofen (pag. 48),
ien 4 Düsen münden. Die Öffnung zu demselben ist
ine eiserne Thür verschliessbar. Rechts an die Ecke
h das mit Glasfenstern versehene Sandbad (pag. 56)
änge und 2½′ Breite an, links ein kleiner gemauerter
(pag. 37) und daneben ist noch ein Platz frei für einen
lenmuffelofen. Vor der Esse stehen auf einem 3′ hoh
en und 11′ langen Mauerwerk zwei transportable thi
en (pag. 28) und ein kleiner eiserner Muffelofen (p
rfeinproben. Vor der kurzen Seitenwand recht

[redacted]

Gefässe und übrige Geräthschaf

§. 5. Capellen.

Die Operation durch welche der Probierer Gold und S
Blei, Wismuth) oder fremden Metallen, welche
Holzkohle verschlackbar sind, abscheidet und re
Capelliren und die Gefässe, in welchen
bewirkt. Capellen oder gewöhnl
haben eine halbkugelförmige Austie

Namen von dem Franz. coupes, welches flache Sch
danach Capellen wohl richtiger, aber

Aufnahme der Legierung. Taf. III. Fig. 59 zeigt eine elle im Durchschnitte. Die Capellen sollen das sich beim ellieren oder Abtreiben bildende reine oder mit fremden lloxyden verunreinigte flüssige Bleioxyd in ihre Poren ein- en lassen, dabei jedoch der metallischen Legierung jedes dringen unmöglich machen. Sie müssen aber bei einem ge- en Zusammenhange und mässiger Festigkeit einen ange- senen Grad von Porosität besitzen.

Eigenschaften guter Capellen.

Aus der Natur des in ihnen vorzunehmenden Processes folgt er, dass die Capellen durch die Hitze bis zur angehenden ssgluth gar nicht verändert (etwa rissig, merklich poröser fester) werden dürfen; sie dürfen keine Kohle enthalten einen organischen Körper, welcher beim Glühen Kohle absetzt; Capellenmasse darf daher nicht mit Bier oder einem Wasser, hes ein klebendes Bindemittel enthält, angefeuchtet gewesen); ferner dürfen sie beim Glühen wenig oder gar keine Gas- n entwickeln, auch nur höchst unbedeutend durch das ein- ende Bleioxyd verändert werden, wenigstens keine Neigung en, mit ihm eine chemische Verbindung einzugehen.

Capellenmasse.

Die Materialien zu Capellen, welche diesen Bedingungen prechen und ausserdem zu mässigen Preisen zu erhalten en, sind vorzugsweise gut weiss gebrannte Knochen, g ausgelaugte Holzasche, Äscher, Mergel u. a.

Knochen.

Die Knochen (Kälber- und Ochsen-, besonders aber Schafs- Pferdeknochen sollen die besten sein [1]), müssen völlig von

[1] In die Zusammensetzung des Knochens gehen zwei Hauptbestandtheile ein, der organische Theil oder der Knochenknorpel (33—50 Procent des Gewichts) und der unorganische Theil oder die Knochenerde. Die letztere besteht hauptsächlich aus phosphorsaurer ($8CaO + 3P_2O_5$) und kohlensaurer Kalkerde in ungleichen relativen Verhältnissen bei verschiedenen Thierarten, und gemengt mit kleinen, ebenfalls veränderlichen Quantitäten von phosphorsaurer Kalkerde und Fluorcalcium. erzelius fand bei Ochsenknochen 57 phosphors. Kalkerde auf 3,8 hlensaure Kalkerde, Barros beim Schaf 80,0 phosphors. Kalkerde 19,3 kohlens. Kalkerde. Werden die Knochen weiss gebrannt, enthält der erdige Rückstand nun auch welche vorher nicht in den Knochen waren, wie z. B. on, ge-

aller animalischen Substanz durch Verkohlung und Verbr
(zwischen Kohlen oder in der Muffel) derselben befreiet w
Um dieses zu erleichtern, ist es daher sehr gut, die K
vor dem Brennen wiederholt mit Wasser auszukochen,
leimgebenden Theile hierdurch weggelöset sind; oder n
nutzt am zweckmässigsten die Knochen, aus denen
Leimfabriken oder Papiermühlen der Leim bereits
kocht ist.

Sollte ein einmaliges Brennen zur Entfernung alle
nicht genügt haben, so muss man die Knochen zerst
Stücke daraus formen, diese trocknen und nochmals
Werden aus Knochenasche gefertigte Capellen nach d
brauche weisser, so waren die Knochen nicht gut g
Man hat sich jedoch vor einem Brennen der Knochen in
Hitze (Weissgluth) zu hüten. War die Hitze so stark,
Knochen auf dem Bruche glatt und glasig erscheinen
Feuchtigkeit nicht mehr wie ein Schwamm einsaugen, w
sie mit dem nassen Finger berührt, so sind die Kn
guten Capellen unbrauchbar.

Erscheinen die Knochen durchgängig weiss, so
sie sehr fein gepulvert, gesiebt und am besten mit ko
Flusswasser einige Male ausgewässert und abgeschäu
alle löslichen Theile entfernt sind. Bei diesem Au
schlämmt man zugleich die feinsten Knochentheilchen,
am längsten suspendiert bleiben, ab, oder seihet
wohl durch feine Leinewand ab und lässt sie dann sic
ders absetzen. Dieser Absatz, die sogenannte Kläre, wi
wie auch das Knochenmehl (Beinasche), für sich abgeso
trocknet und später für den inneren feinen Überzug der
benutzt.

Das Korn der zu den Capellen zu verwendenden
asche kann dem Korne eines groben Waizenmehls gle
men. Ist das Korn zu grob, so blicken die Proben zwa

---

bildet aus dem Schwefelgehalte des Knorpels, und kohlen
kali, ebenfalls aus dem Knorpel herrührend. Dagegen hat
Theil des Kalkes seine Kohlensäure verloren.

l auch sich silberreichere Glätte in die Poren ein- adurch ein Ausfall am Silberkorne entstehen. Ist fein, so reissen die Capellen leicht; jedenfalls zieht i- und Kupferoxyd zu schwer in die Capelle und treiben geht zu langsam, auch muss die Tempera- ls sonst erforderlich ist, gehalten werden. Zu llen sind jedoch ein weit grösserer Fehler, als zu n.

Holzaschensorten, welche man für die Capellen an- Holzasche.
man die Buchenholzasche allen übrigen Holzaschen er Vorzug scheint durch einen grösseren Gehalt an en Salzen in dieser Asche begründet zu sein. Die unächst sorgsam zum Absieben von allen etwaigen möglichst befreit und hierauf mit Wasser ganz usgelaugt. Sollten wie gewöhnlich noch kleine n der Asche verblieben sein, so formt man Ballen glüht sie bei Luftzutritt so lange aus, bis alle Kohlen- ständig verbrannt sind.

mmenstellung der Holzaschen ergibt sich aus nach- alysen:

rtwig enthält in 100 Theilen

henholzasche:		die Tannenholzasche:	
Kali . . .	11,72	. . . . .	11,30
Natron . .	12,37	. . . . .	7,42
es Kali . .	3,49	. . . . .	—
Kalkerde . .	49,54	. . . . .	50,94
. . . . .	7,74	. . . . .	5,60
en Kalk . .	3,32	. . . . .	3,43
e Bittererde .	2,92	. . . . .	2,90
es Eisenoxyd	0,76	. . . . .	1,04
e Thonerde .	1,51	. . . . .	1,75
anganoxydul .	1,59	. . . . .	—
. . . . .	2,46	. . . . .	13

er fand bei seinen Aschen-Analysen:

	Weissbuchenholz	Weissbuchenholzkohle	Rothbuchenholzkohle	Eichenholz	Lindenholz	Erlenholz	Tannenholz		Fichtenkohle	Holz von Quercus alba	Holz der Steineiche	Birkenholz	Kastanienbaumholz	Wallnussbaumholz	Holz des weissen Ahornbaums	
Procente der Asche		2,65	3,00	2,50	5,00			0,83	1,24			1,00		1,52	1,60	
100 Asche halten in Wasser lösliche Theile	18,9	17,2	17,60	12,0	10,8	18,8	25,7	50,0	13,6	7,5		16,0	14,6	15,4	15,0	25,0
— nicht lösliche	81,1	78,9	82,0	88,0	89,2	81,2	74,3	50,0	86,4	92,5		84,0	85,4	84,6	85,0	75,0
100 lösliche Theile halten																
Kohlensäure		24,60	22,4	24,0	27,42	6,6	30,2	13,5	20,75			17,0	19,75	20,2		23,0
Schwefelsäure		7,25	7,3	8,1	7,53	0,3	3,1	6,9	12,00			2,3	8,75	5,1		8,3
Salzsäure		4,61	5,2	0,1	1,80		0,3	0	6,63			0,2	0,50	0,5		4,0
Kieselerde		1,00	1,0	0,2	1,61		1,0	2,0	1,33			1,0	2,75	0,5		
Kali		50,65	64,1	67,6	60,64		65,4	28,2	31,66			79,5	69,25	73,2		5,20
Natron		12,10						41,5	15,33							
Wasser								7,9								11,5
100 nicht lösliche Theile halten																
Kohlensäure	33,2	29,20	32,9	39,6	39,8	31,0	23,0	21,5	36,0	41,4	35,81	31,0	30,60	37,0	27,1	42,0
Phosphorsäure	10,0	8,80	5,7	0,8	2,8	7,7	4,2	1,8	1,0	3,0	2,81	4,3	1,81	4,8	11,6	1,8
Kieselerde	5,8	3,90	5,8	3,8	2,0	5,0	8,0	13,0	4,6	3,3	5,05	5,5	8,45	4,2	7,7	2,9
Kalk	38,6	42,70	42,6	54,8	51,8	50,2	39,8	27,2	42,3	50,3	48,34	52,2	51,10	42,4	46,7	46,1
Bittererde	7,8	6,95	7,0	0,6	2,2	2,5	4,4	8,7	10,5	1,0	2,40	3,0	3,80	4,4	5,2	4,6
Eisenoxyd	1,4	0,10	1,5		0,1	3,6	14,1	22,3	0,1	1,0	4,78	0,5	3,50	4,0	0,3	0,5
Manganoxyd	3,4	6,95	4,5		0,6		6,1	5,5	0,4			3,5			0,5	1,3
Kohle		1,40							4,8							

e Saussure fand in 100 Theilen Asche der Fichte:

	a.	b.	c.
Kohlensaures Kali	3,60	7,36	15
Schwefel- u. salzsaures Kali .	4,24	12,63	
Kohlensauren Kalk	46,34	51,19	63
Kohlensaure Bittererde . . .	6,77		
Alaunerde	14,86	11,95	16
Kieselerde	13,49	6,87	
Eisen- und Manganoxyd . .	10,52	10,00	3
	99,82	100,00	97

e Saussure fand ferner:

en	Asche von 1000 Theilen der trocknen Substanz	100 Theile Asche enthalten: Alkalien u. Salze mit alkalischer Basis	Phosphorsauren Kalk und Bittererde	Metalloxyde (Eisen und Mangan)	Kohlensaure Erden	Kieselerde.	100 Theile Asche geben an Wasser lösliche Salze ab
m, ge- . . .	4	58,58	28,5	1,0	12,25	0,12	26,0
. . des ums	2	59,25	4,5	2,25	32,0	2,0	38,6
des ss- . .	8	50,3	16,75	1,5	27,0	3,3	26,0
che	5	28,0	12,0	2,0	36,0	22,0	24,5
	6	48,63	23,0	2,25	26,0	0,12	22,0

chausen [1]) fand:

[1]) mann, J. f. pr. Chemie LVIII. 136.

	Buche			Kiefer		
	Scheitholz	Prügelholz	Reisholz laubfrei	Scheitholz	Prügelholz	Reisholz mit Nadeln
Kali	13,15	12,52	11,81	12,23	12,63	14,06
Natron	3,09	1,72	1,82	0,44	2,34	1,83
Kalk	39,78	37,86	40,18	50,26	47,50	38,11
Magnesia	10,08	13,40	9,05	8,43	8,29	9,82
Eisenoxyd	0,52	0,27	0,59	0,61	0,64	0,94
Manganoxyd	0,92	1,07	0,59	0,39	0,76	0,28
Schwefelsäure	0,46	0,55	0,99	1,07	1,59	1,60
Chlor	0,07	0,05	0,11	0,03	0,09	0,06
Kieselerde	6,26	5,53	8,25	2,44	2,72	5,07
Kohlensäure	19,60	17,41	16,31	19,03	17,75	17,13
Phosphorsäure	6,05	9,61	10,29	5,05	5,67	11,09

Die Aschen von Buchenholz, herrührend von Buchen, welche resp. auf Kalkstein, Gyps und Sandstein gewachsen waren, enthielten nach Henneberg [1]:

	Kalk	Gyps	Sandstein
Kohlensaures Kali	6,7	14,6	4,7
" " Natron	11,0		3,2
Schwefelsaures Kali	4,4	3,4	23,3
Chlornatrium	0,7	Spr.	5,0
Lösliche Salze	22,8	18,0	36,2
Kohlensauren Kalk	27,4	30,9	25,1
Magnesia	17,7	12,2	12,6
Phosphorsaure Salze	15,6	9,7	10,9
Kieselsäure	16,9	28,7	12,4
Unlösl. Bestandtheile	77,6	81,5	60,0

Äscher. Statt der reinen Holzasche benutzt man auch wohl auf Silberhütten, weniger in Münzwerkstätten, die von den Seifensiedern erhaltenen Aschenrückstände, welche von diesen vor dem Auslaugen mit Ätzkalk vermengt sind. Namentlich wählen die Hütten dann solche Asche, welche bereits einmal im Treibofen als Heerd gedient hat und noch frei von Bleiglätte geblieben ist, weil diese allen Kohlengehalt verloren zu haben pflegt.

[1]) Otto-Grahams ausführl. Lehrbuch der Chemie 1853. II. Bd. 2. Abth. p. 126.

[1]) fand eine Seifensiederasche aus Heilbronn zu-
etzt aus:

er löslichen Theilen:		In Salzsäure löslichen Theilen:	
- - - - -	0,056	Kali - - - - - - -	0,188
- - - - -	0,648	Natron - - - - - -	0,279
m - - - -	0,151	Schwefelsäure - - -	0,456
e Erden -	0,724	Phosphorsäure - - -	1,144
u. organische			
ten - - - -	0,359	Eisenoxyd - - - - -	2,186
	1,938	Thonerde - - - - -	3,075
ire unlösliche			
- - - -	= 29,003	Kalk - - - - - - -	29,511
		Magnesia - - - - -	5,656
		Kohlensäure - - -	22,666
		Kohle - - - - - -	4,570
			69,731

usgedehnten Angaben werden noch in dem spätern Abschnitte imastische Untersuchung der Brennmaterialien von Nutzen sein.)

wendet sowohl die Knochenasche als auch die Gemenge von Holz- und Knochenasche.
jede für sich allein, oder auch in verschiedenen, ab-
Verhältnissen mit einander gemengt zu den Capellen
eiden Materialien stehen am leichtesten gute Capellen
. Holzasche ist ein schlechterer Wärmeleiter als
he, und kühlen daher Capellen aus ersterer nicht so
als aus letzterer gefertigte. Man hat jedoch auch noch
stanzen als Capellenmasse benutzt, namentlich Kalk- Mergel.
ebrannten Kalk und Thon; die letzten beiden Körper
allein, sondern stets mit Knochenasche oder Holzasche
er Kalkmergel ist theils für sich, theils mit Holzasche oder
he vermengt benutzt. Man hat auch wohl ein Gemenge
spath und Thon zu den Capellen in Vorschlag gebracht.
iesen Substanzen geformte Capellen können nun wohl
und untadelhaft gerathen; im Allgemeinen aber er-
Capellen durch einen grossen Zusatz von Mergel und
Abwärmen und Gebrauche leicht Risse und werden
d fest. Ein grosser Zusatz von Kalk dagegen macht

sie leicht zu locker, so dass ein grösserer Silberverlust beim Ab
treiben entsteht.

Anfertigung der Capellen.

Welche Masse man auch für die Capellen wählen mag, s
gibt man doch stets der halbkugelförmigen Vertiefung derselben
welche zur Aufnahme der Bleilegierung bestimmt ist, sogleich
bei der Anfertigung eine Lage von sehr feiner Knochenasche
von der oben erwähnten Kläre, als Überzug. Dieser Überzu
haftet am festesten, wenn die Capellenmasse aus Knochen- od
Holzasche besteht und blättert sich am leichtesten von Merg
und Thon ab, wodurch dann die Capelle unbrauchbar wird
Nur wenn die Capellen aus Knochenasche allein gefertigt werde
und solche schon äusserst zart ist, könnte man das Weglasse
dieses Überzugs vielleicht gestatten und sich mit einem leichte
Aufstäuben trockner Knochenasche begnügen. Zweck dieses
Überzuges ist, in gewisser Art wie ein Filter zu wirken.

Für die Anfertigung der Capellen wird die Knochen
asche oder das sonstige Material ganz gleichmässig so weit m
Wasser angefeuchtet, dass es zwar zusammenbackt, aber d
Hand nicht feucht macht. Die Capelle erhält ihre Gestalt dur
eine aus 2 Theilen bestehende Form Taf. III. Fig 60, welche g
wöhnlich aus Messing gearbeitet und sehr glatt abgedrehet i
Den einen Theil dieser Form, die Nonne, e o g c d h r
zeigt die Fig. 60 im Durchschnitt. Es ist ein cylindrischer od
konischer Ring, dessen oberer innerer Durchmesser o r um
was grösser ist, als der untere c d. Der zweite Theil der For
der Mönch, besteht zunächst in einer Scheibe o a b r, welch
an der unteren Seite mit einer halbkugelförmigen Erhöhung ve
sehen ist; nach der andern Seite verläuft die Scheibe in eine
Stiel, dessen Kopf s oben glatt und Schläge eines Hammers z
empfangen bestimmt ist. Werden Nonne und Mönch zusamme
auf eine ebene Unterlage gestellt, so bleibt zwischen ihnen e
leerer Raum a c d b, welcher genau die Gestalt hat, welch
die Capelle erhalten soll. Die Scheibe hat einen oberen
grösseren Durchmesser o r und einen unteren kleineren
wodurch verhindert wird, dass sie tiefer in die N
drückt werden kann, als die Zeichnung angibt.

Die Nonne wird auf eine solide ebene

uf welche man vorher etwas trockene Capellenmasse
hat, und durch einen leichten Druck des Daumens mit
eriale für die Capellen angefüllt. Man streicht sodann,
en Rand e f mit einem Messer hinfahrend, alles Über-
glatt weg. Jetzt trägt man auf die Oberfläche die Kläre
ng des Ueberzuges in genügend starker Lage auf. Die
rf entweder gar nicht, oder nur unbedeutend feucht
il sich sonst der Mönch nicht wieder ablösen würde,
e beschädigte oder weniger glatte Oberfläche zurückzu-
Hierauf stellt man den Mönch genau senkrecht so in
auf die Nonne, dass beider Axen zusammenfallen, und
n durch senkrecht auf den Kopf s desselben geführte
starke Schläge mit einem hölzernen Hammer bis zu der
nen Grenze ein. Nachdem behutsam, durch eine
Bewegung, der Mönch wieder weggehoben ist, dreht
h die Nonne etwas auf ihrer Unterlage, um von letzterer
llenmasse leicht abzulösen, hebt die Nonne in die Höhe,
ebt dann durch einen leichten Fingerdruck die Capelle
ervor. Nur bei sehr grossen Capellen wird es nöthig,
e ein bewegliches messingenes Bodenstück zu geben,
dann unten in ihre Öffnung passt, und mit der fertigen
zugleich hervorgedrückt wird. Sind Mönch und Nonne
worden, so werden sie vor einem weiteren Gebrauche
net.

ser durch die Feinheit des Korns, hat man durch ein
s oder stärkeres Anfeuchten der Masse, durch mehr
der festes Eindrücken derselben beim Einfüllen in die
sowie durch die Art der Hammerschläge und die Grösse
andes von o und a, (= r und b), den Grad der Poro-
Capellen in der Gewalt. Zu poröse Capellen zerbröckeln,
e nach dem Trocknen mit der Kluft &c. gehandhabt
zu feste dagegen lassen sich dann nicht gut mehr mit
ern zerdrücken.

Herstellung gleichförmiger Capellen wird sehr erleichtert,
an den Mönch nicht mit dem Hammer, sondern durch
chinelle Vorric . Hierzu kann sehr zweck-
in für M brauchbar gewordener

Durchschnitt für kleinere Münzstücke dienen. Man ist da sicher, den Mönch stets genau senkrecht in die Mitte der Non und mit gleichmässigem Drucke einzutreiben.

Der angehende Probierer darf um so weniger versäume sich praktisch genau über die Anfertigung der Capellen zu i struieren, weil es nicht möglich ist, ohne völlig gute Capell eine richtige Gold- oder Silberprobe auf trocknem Wege anz fertigen.

Man muss mit so vielen Formen von verschiedener Grös versehen sein, als man Capellen von verschiedener Capaci bedarf.

Auf den Freiberger Hütten haben die Erzcapellen Anwendung von 8—25 Probiercentnern Kornblei zum Ansie $1^{7}/_{16}$" oberen ganzen und $^{15}/_{16}$—1" oberen lichten Durchmes $^{3}/_{4}$" ganze Höhe und $^{6}/_{16}$—$^{7}/_{16}$" Vertiefung. Die Capellenmasse steht aus 3 Vol. Äscher, 1 Vol. schon gebrauchter Capellenma $^{1}/_{2}$ Vol. Kalk und $^{1}/_{10}$ Vol. Knochenmehl. — Die Feincapell sind kleiner als die Erzcapellen und bestehen halb aus Äsch halb aus Knochenmehl. Sie haben $1^{1}/_{16}$" oberen ganzen $^{3}/_{4}$" lichten Durchmesser, $^{3}/_{4}$" unteren Durchmesser und Höhe. Zum Probieren des Amalgamiersilbers, welches zum treiben viel Blei bedarf, nimmt man grössere Capellen $1^{1}/_{8}$" oberem ganzem und $^{7}/_{8}$" lichtem Durchmesser, $^{13}/_{16}$" unte Durchmesser, $^{1}/_{2}$—$^{9}/_{16}$" Höhe und $^{1}/_{4}$" Vertiefung. Für Werk wendet man noch grössere Capellen an von 2" oberem gan und $1^{1}/_{2}$" lichtem Durchmesser, $1^{9}/_{16}$" unterem Durchmes $^{6}/_{16}$" Höhe und $^{11}/_{16}$" Tiefe.

Auf den Oberharzer Hütten kommen folgende ganz Beinasche bestehende Capellensorten zur Verwendung: gro Capellen für gewöhnlich mit 8 Centnern Kornblei angesot Erze von $1^{1}/_{2}$" oberem ganzen und $1^{1}/_{12}$" lichtem Durchmes $1^{1}/_{4}$" unterem Durchmesser, $^{3}/_{4}$" Höhe und 5‴ Vertiefung; klei Capellen zum Abtreiben der bei der Pottaschenprobe erhalte Bleikörner unter 90 Pfd. Gewicht mit 1" oberem ganzem u $7^{1}/_{2}$‴ lichtem Durchmesser, 10‴ unterem Durchmesser, $^{1}/_{2}$" Hö und $^{1}/_{4}$" Tiefe; Münzcapellen, von 13‴ ganzem oberem Dur

sser und 10‴ lichtem Durchmesser, 11‴ unterem Durchmesser, Höhe und 4‴ Tiefe.

Zu Capellen für Silberfeinproben nimmt man 1½ Buchen- und ½ Beinasche; zu den Capellen für Goldben 2 Theile rein ausgelaugte Buchenholzasche und 1 Theil zu fein pulverisierte Beinasche, welche in der Spur mit ausgefüttert ist. Solche Capellen haben den Vorzug vor einen Beinaschencapellen, dass sie weit mehr Hitze in sich hmen und daher weit leichter und auf einem kälteren punkt das Werk im Treiben erhalten, auch dass sie beim meistens einen reicheren Gehalt liefern.

amit die Capellen die gehörige Festigkeit nach dem Trocknen en, dürfen sie ihr Wasser nur langsam verlieren. Sie n daher gewöhnlich auf Brettern pyramidal über einander t, in einem warmen Zimmer nur nach und nach dem Stubengenähert und in dessen Nähe, im Sommer an sonst warmen Ort aufgestellt. Sie müssen so langsam getrocknet n, dass sie erst nach einigen Wochen völlig alle Feuchtigerloren haben. Letzteres muss erreicht sein, bevor man den Probierofen bringt. Zum Anwärmen, ehe sie wirklich die Muffel gestellt werden, dienen wohl die Bleche p p 8.

Capellen, welche noch merklich viel an hygrometrischer tigkeit enthalten, bersten entweder, wenn man sie unter uffel bringt, oder werden durch das rasch verdampfende er porös.

Der Durchmesser der Capellen ist grösser als ihre Höhe zu n, da flache Spuren den Luftzutritt zu der Legierung bern. Die Grösse der Capellen muss der Menge der zu curenden Legierung entsprechen. Gute Capellen können zwar als ein ihnen gleiches Gewicht Glätte einsaugen, doch setzt nicht gern mehr als ein gleiches Gewicht Blei auf. Sollte in einzelnen Fällen während des Abtreibens, oder schon voraussehen, dass die Capelle nicht gut
eht man eine Capelle im Ofen um un
egierung enthält, auf die erstere.

Capellen, welche geglühet und wieder kalt geworden sin ohne benutzt zu sein, sind gewöhnlich dadurch unbrauchbe geworden, indem sie in ihrer ganzen Masse zu sehr aufge lockert sind.

§. 9. Thongefässe.

Für sie gilt als Regel:

Eigenschaften.

1. dass sie für den Process, zu dem sie benutzt werd sollen, eine völlig genügende Feuerbeständigkeit haben müsse d. h. dass sie weder durch die erforderliche Hitze, noch dur das Probiergut und die angewandten Flussmittel und Zuschlä zerstört werden oder auch nur so weit leiden, dass sie ei bequeme und richtige Ausführung der Proben hindern.

2. Müssen sie für die beabsichtigte Arbeit die angemessens und bequemste Grösse und Form haben. Letztere liegt zu Theil in der Willkür und Ansicht des Probierers; fehlerhaft es jedoch, grössere Gefässe zu einer Operation zu wählen, sie wirklich erfordert.

Zusammensetzung feuerfester Thone.

Die Haltbarkeit der Thongefässe im Feuer hängt auss von der Art der Anfertigung derselben und der zweckmässig Behandlung während der Operation selbst vorzugsweise v der chemischen Zusammensetzung des Thons ab, aus dem hergestellt sind.

Weniger feuerfeste Thone enthalten gewöhnlich grösse Mengen Mangan- und Eisenoxyd, auch bis zu mehreren Procent Kalkerde oder Talkerde und ausserdem nicht selten eine g ringe Menge Kali oder Natron. Von Bitumen ist selten ein Th ganz frei.

Als Beispiel der Zusammensetzung sehr feuerfeste Tieg liefernder Thone hier einige Analysen:

e passend ist, lässt sich nämlich zwar schon im Voraus be-
eilen, wird aber am einfachsten und sichersten durch einen
cten Versuch entschieden.

In Bezug auf die Form unterscheidet man im Allgemeinen:

1. Röst-, Ansiede- und Spleissscherben,
2. Tiegel und Tuten,
3. Muffeln und Muffelböden, Thonsteine &c.
4. Retorten und Röhren.

Verschiedene Arten Thongefässe.

I. Die Röst- und Ansiedescherben haben eine den pellen sehr ähnliche Gestalt, aber gewöhnlich grössere Di-nsionen. Man gibt ihnen meist einen Durchmesser von $1^1/_2$—4".

Scherben.

In Freiberg gibt man den Röstscherben (Taf. III. Fig. 61) ¿" Durchmesser bei $1^1/_2$" Höhe, den Ansiedescherben $2^3/_8$" ten und $1^{15}/_{16}$" lichten Durchmesser, $^{11}/_{16}$" Tiefe, 1' ganze h, $1^5/_{16}$" unteren Durchmesser und $^5/_{16}$" Bodendicke. — Die erharzer Ansiedescherben haben 2" 2‴ oberen ganzen und 10‴ oberen lichten Durchmesser, 10‴ Höhe und $^1/_2$" Ver-ng. (Taf. III. Fig. 63.)

Im Mansfeldischen bedient man sich Röstscherben von Figur 62 Taf. III.

Die Oberfläche des Kugelsegments muss bei allen Scherben glatt und dicht sein. Sollen die Scherben blos zum Rösten tzt werden, so braucht der Thon nicht besonders feuerfest ein, aber das Gefäss muss raschen Temperaturwechsel, ohne e zu bekommen, gut ertragen. Sollen die Scherben zum ieden benutzt werden, so muss der Thon möglichst von elerde frei sein und das Gefäss bei starken Wänden sehr t gearbeitet werden. Man gibt diesen Scherben im Boden gezeichneten Absatz, um sie bequemer mit der Gabelklaf dhaben zu können. — Schneidet man von einem kleinen st- oder Ansiedescherben die Seitenwand nach der Linie a b . 63 Taf. III. weg — die beiden P[illegible]schnitte A und B sind h Ebenen gezeichnet, wel[illegible] — so hat man dadu[illegible] erben. In einem so[illegible] rem Luftzutritt die

gemengt wird. Ein Hessischer Tiegel bestand nac
Berthier aus 70,9 Kieselerde, 24,8 Thonerde und 3,8 Eisen-
oxyd.

17. Ebendaher nach Salvetat.

18. Thon von Passau in Baiern nach Berthier. 3—4 Theil
des Graphits Nr. 23 und 1 Theil dieses Thones werden z
Graphittiegeln verarbeitet.

19—22. Thon ebendaher nach Forchhammer, Fuchs, Salve
tat und Leschen.

23. Graphit von Passau nach Berthier. Das untersuch
Stück war schwach geglüht.

24. Feuerfester Thon von Schöningen bei Uslar i
Hannoverschen nach Streng. 9 Theile roher Thon mit 1
Theilen ungebranntem Thon und 6 Theilen Holzkohlen gebe
das Material für Gussstahlschmelztiegel.

25—27. Thon vom Kahlenberg bei Clausthal auf dem
Oberharze nach Streng. Dient mit 4—5 Volumtheilen Quar
vermengt als Gestellmasse für Eisenhohöfen. Becker fa
denselben zusammengesetzt aus 95,0 kieselsaurer Thonerde
1,0 kohlensaurer Kalk- und Talkerde, 1,3 kohlensaurem Eisen
und Manganoxydul und 2,4 Wasser.

Die chemische Zusammensetzung des Thons bedingt die
Höhe der Temperatur, welcher ein Thongefäss, ohne dass es
weich wird, ausgesetzt werden kann. Der Widerstand, welchen
das Gefäss plötzlichen Temperaturveränderungen entgegensetzt,
hängt jedoch noch wesentlich davon ab, ob es dichter oder
poröser gearbeitet und bei der Fabrikation mehr oder weniger
stark gebrannt ist. Der Widerstand, welchen es einem Durch-
fressen von Bleiglätte und alkalischen Flussmitteln leistet, hängt
sowohl von der Zusammensetzung als der Porosität ab, je mehr
Kieselerde es enthält und je lockerer es gearbeitet ist, um so
leichter wird es bei übrigens gleichen Umständen (gleicher
Stärke der Wände &c.) durchfressen werden. Von der Porosität
hängt noch wesentlich der Grad der Undurchdringlichkeit für
Flüssigkeiten und Gasarten ab. Nicht an jedes Thongefäss wer-
den dieselben Anforderungen gemacht; sehr hät
wenn es nur eine oder mehrere der bezeichnete
wenn auch auf Kosten der übrigen, in hohe
Ob eine bestimmte Thonsorte zu einem best

ist, lässt sich mitunter zwar schon im Voraus be-
aber am einfachsten und sichersten durch einen
h entschieden.

uf die Form unterscheidet man im Allgemeinen:

, Ansiede- und Spleissscherben, — Verschiedene Arten Thongefässe.
el und Tuten,
eln und Muffelböden, Thonsteine &c.
rten und Röhren.

st- und Ansiedescherben haben eine den — Scherben.
ähnliche Gestalt, aber gewöhnlich grössere Di-
n gibt ihnen meist einen Durchmesser von $1\frac{1}{2}$—4".

rg gibt man den Röstscherben (Taf. III. Fig. 61)
sser bei $1\frac{1}{8}$" Höhe, den Ansiedescherben $2\frac{3}{8}$"
$\frac{5}{16}$" lichten Durchmesser, $\frac{11}{16}$" Tiefe, 1' ganze
nteren Durchmesser und $\frac{5}{16}$" Bodendicke. — Die
Ansiedescherben haben 2" 2"' oberen ganzen und
lichten Durchmesser, 10"' Höhe und $\frac{1}{2}$" Ver-
III. Fig. 63.)

feldischen bedient man sich Röstscherben von
Taf. III.

äche des Kugelsegments muss bei allen Scherben
dicht sein. Sollen die Scherben blos zum Rösten
n, so braucht der Thon nicht besonders feuerfest
das Gefäss muss raschen Temperaturwechsel, ohne
mmen, gut ertragen. Sollen die Scherben zum
utzt werden, so muss der Thon möglichst von
sein und das Gefäss bei starken Wänden sehr
t werden. Man gibt diesen Scherben im Boden
ten Absatz, um sie bequemer mit der Gabelkluft
können. — Schneidet man von einem kleinen
siedescherben die Seitenwand nach der Linie a b
l. weg — die beiden Durchschnitte A und B sind
gezeichnet, welche rechtwinklich auf einander
hat man dadurch einen Spleiss- od
In einem solchen kann man leich
utritt die flüssige Masse beobachte

dergleichen bis zu nur 1″ Durchmesser, auch ist wohl an zwei gegenüberstehenden Seiten ein Abschnitt gemacht.

In Freiberg wendet man entweder besonders geformte, flache Gaarscherben (Taf. III. Fig. 64) von 2″ Durchmesser an oder bedient sich der Wände der Probiertuten (Taf. III. Fig. 67), indem man aus einer Tute zwei Gaarscherben dadurch fertigt, dass man erstere auf dem Ambos mit der schmalen Bahn des Hammers zuerst behutsam auf den oberen dünneren Theil klopft, bis die Tute einen Riss bekommen hat. Dann klopft man auch auf den unteren stärkeren Theil so lange, bis der Bauch der Tute sich in zwei Hälften getheilt hat. Mittelst einer Kneifzange gibt man jeder dieser Hälften noch eine passende Form (Taf III. Fig. 65). Auf den Oberharzer Hütten verwendet man die Ansiedescherben auch als Gaarscherben (Taf. III. Fig. 63).

Tiegel oder Tuten.

2. Den Tiegeln hat man oft eine mannigfach abgeänderte Form gegeben. Mitunter gibt man denen, welche für hohe Temperaturen bestimmt sind, etwas stärkere Wände; letztere sind an den Stellen am stärksten anzufertigen, welche am längsten mit dem Schmelzgute in Berührung bleiben. Man muss im Laboratorio mit Tiegeln von verschiedener Grösse versehen sein.

Bleitiegel.

Taf. III. Fig. 66. gibt den Durchschnitt eines Tiegels, welcher am Harz gewöhnlich zu den Bleiproben verwendet wird. Stellt man die Bleiprobe mit 1 Ctr. des Probierguts an, so hat der Tiegel a einen oberen Durchmesser von fast $1\frac{1}{2}$″ Kahlenberger Mass und eine Tiefe von etwa $1\frac{1}{2}$″; werden 2 Probiercentner zu einer Probe eingewogen, oder Kohlenstaub, Borax &c. zur Beschickung gegeben, so beträgt die obere Tiegelöffnung b $1\frac{3}{4}$ und die Tiefe reichlich 2″. Tiegel, aus denen ihr Inhalt flüssig ausgegossen werden soll, versieht man mit einem Ausguss oder gibt ihnen die Gestalt einer dreiseitigen abgestumpften Pyramide.

In Freiberg wendet man für Kupfer-, Blei-, Nickelproben u. dgl Probiertuten (Taf. III. Fig. 67) von $4\frac{1}{2}$″ Höhe an. Der innere Raum ist $3\frac{3}{8}$″ hoch und in der Mitte $1\frac{7}{8}$″ weit und die Mündung hat $1\frac{1}{4}$″ Durchmesser. Die Wandstärke beträgt oben $\frac{1}{10}$″, unten $\frac{1}{8}$—$\frac{1}{4}$″. Als Deckel dient der Fuss einer schon gebrauchten Tute. Die Tiegel werden auf der Drehscheibe nach einer Chablone aus freier Hand gedreht. — Auf französischen

und englischen Hütten wendet man zu Bleiproben auch wohl schmiedeeiserne Tiegel von der Gestalt der Eisentuten an.

Tiegel, welche auf den Rost eines Zugofens oder in die Probieresse gestellt werden sollen, setzt man auf einen feuerfesten Untersatz (Käse) oder man lässt noch besser kleinere Tiegel mit einem Fusse sogleich bei der Anfertigung versehen. Taf. III. Fig. 68 und 69 zeigen zwei dergleichen Sorten. Tiegel von der Form Fig. 67, 68 und 69 nennt man Tuten, oder wenn sie vorzugsweise für die Kupferproben dienen, auch wohl Kupfertuten. Kupfe

Diese Tuten sind für solche Schmelzungen, bei denen die Masse stark aufschäumt, besonders deshalb zu empfehlen, weil die Form ihrer Wände ein Hängenbleiben der halbgeschmolzenen Masse an ihnen verhindert und diese in die Mitte des Tiegels zurückfällt; sie werden durch den Deckel a oder mittelst eines abgeschlagenen Fusses verschlossen. Fig. 69 zeigt einen Tiegel mit Fuss, a im Aufriss, b im Durchschnitt; man nennt sie Kelchtuten, oder, da sie vorzugsweise zur Untersuchung der Eisensteine benutzt werden, auch wohl Eisensteinstuten. Eisens tut

In der Bergwerksschule zu Fahlun setzt man in einen verjüngten Sefströmschen Gebläseofen (pag. 49) 6 Eisentuten (Taf. III. Fig. 70) von 1½" Hannov. Höhe. Sie fassen 1 Gramm Eisenstein; a Schmelztiegel, b Kohlenausfütterung, c Kohlendeckel. Auf englischen Hüttenwerken sind Eisentuten von der Form Fig. 71 Taf III. in Anwendung.

Die Eisensteinstuten sind mit einem Kohlentiegel vorgerichtet. Hierzu wird sehr fein gesiebtes Holzkohlenpulver mit Wasser angefeuchtet, in welchem man etwas weissen eisenfreien und feuerfesten Thon angerührt hat. Zu dem Kohlenpulver wählt man gute Holzkohlen aus, die ausserdem völlig trocken sind, weil sie sich feucht schlecht pulvern lassen. Ist der Thon nicht sehr fett, so ist es besser, man mengt etwas fein gepulverten Thon trocken mit dem Kohlenpulver und feuchtet dann erst die Mengung an, der man nun Zeit lässt, damit sich bei öfterem Durcharbeiten der Thon völlig aufweicht. Einige Probierer bringen auch Gummi arabic. oder Tischlerleim statt des Thons in Anwendung oder nehmen nur Wasser und benutzen den

Kohlentiegel noch feucht. Gummi arabic. ist besser als Th
wasser. Die Anfeuchtung des Gemenges geschieht nicht stär
als bei der Capellenmasse. Mit dem so vorgerichteten Kohl
pulver werden die Tiegel gefüllt und solches mit den Hän
festgedrückt. Mit einem Mönch (vergl. Fig. 60), jedoch statt
Kugelabschnitts von der Form eines Kegels o Fig. 69, wird
drehender Bewegung desselben eine tiegelförmige Vertiefung
die Mitte der Kohle r r eingedrückt, deren Wände sehr g
gerathen müssen. Man hat Mönche von verschiedener Grö
um je nach dem Volum des Schmelzgutes grössere und klein
Tiegelspuren anfertigen zu können. Vor dem Gebrauche wer
die so hergestellten Kohlentiegel in ähnlicher Art wie die Cape
ausgetrocknet, nur braucht man weniger ängstlich dabei zu
fahren. Der Thonzusatz muss in so starkem Verhältnisse, e
2—3 Volumprocente, und die Kohlenmasse so fest eingedrt
sein, dass die Kohlenwände nach dem Trocknen guten Zusamm
hang behalten und die Spur glatt bleibt.

Umständlicher ist die Anfertigung der Kohlentiegel, w
man ein gutes festes Kohlenstück so vorrichtet, dass es in
Tiegel einpasst, und nun mit einem Messer oder Kohlenbo
den Raum für das Schmelzgut, die Spur, aushöhlt. Um so
Kohlentiegel noch ziemlich schnell zu verfertigen, bedarf
nach Sefström zweier Instrumente, eines Reibeisens
Formen der äussern Begränzung des Kohlenstücks und e
Bohrers zum Aushöhlen der Tiegelspur. Das Reibeisen ver
tigt Sefström, indem er ein Holzstück drehen lässt, welc
genau die Grösse und Gestalt hat, dass es das Innere des
benutzenden Thontiegels ausfüllt; auf dieses Holzstück wird
dicht anschliessende Kappe von verzinntem Eisenblech gescho
und nachdem sie gut befestigt ist mit einem 3seitigen Mei
symmetrisch eine Menge Löcher in dieselbe gestossen.
wird das Holzstück fortgebohrt, das Reibeisen A Taf. III. Fig
mit einer Handhabe B versehen und mittelst dieser an die
einer Kurbel C befestigt. Mit Hülfe dieses, durch die Ku
in Umdrehung versetzten Reibeisens, lässt sich nun die Aus
seite des Kohlentiegels, indem man das Kohlenstück nach
nach in das Reibeisen einschiebt, mit Leichtigkeit formen.

nimmt übrigens eine dichte Kohle und schneidet sie vorher ein wenig zu. Zum Aushöhlen der Kohlentiegelspur bedient man sich erstlich eines gewöhnlichen Bohrers und darauf eines grösseren, der sich in eine Halbkugel verläuft und sowohl hier, wie an der Seite mit zugeschärften Furchen versehen ist. Man sieht diesen Bohrer in Fig. 73 und im Querschnitte in Fig. 74. Beim Bohren wird er übrigens auf die Axe der Kurbel C gesetzt, welche man zum Umdrehen des Reibeisens gebraucht hat. Vortheile gewährt diese umständliche Anfertigung für die gewöhnlichen Fälle nicht; doch muss man sie dann wählen, wenn eine pulverförmige Masse, welche nicht schmilzt, geglüht und nachher gewogen werden soll, oder auch, wenn man jede Wirkung des mit dem Kohlenstaube gemengten Thons auf das Schmelzgut beseitigen will.

Zubere des Th

Der Thon wird entweder, wie es gewöhnlich von den Töpfern geschieht, durch mehrmaliges Aufballen und Abschneiden mit dem Thonmesser von allen fremdartigen Einmengungen befreit, oder er wird abgeschlämmt, wobei man ihn durch ein Metalldrahtsieb laufen lassen kann, welches die gröberen, namentlich quarzigen Theile zurückhält. Wird der Thon geschlämmt, so wird er nach dem Absetzen getrocknet. Der Thon wird nach dieser Vorbereitung entweder für sich verarbeitet oder zuvor — und zwar am besten im getrockneten und gepulverten Zustande — mit einem Zusatze genau vermengt, angefeuchtet und wiederholt durchgearbeitet. Dieser Zusatz ist nicht stets gleich. Um beim Trocknen und Brennen ein Aufreissen und später beim Gebrauche bei schnellem Temperaturwechsel ein Springen der Gefässe zu vermeiden, ist es bei vielen Thonsorten erforderlich und selten unnütz, den Thon bis etwa $^1/_3$ dem Volum nach mit bereits hart gebranntem und wieder gepulvertem Thone, oder schon gebrauchten Gefässstücken, wenn diese frei von fremden anhaftenden Stoffen geblieben sind, zu vermengen. Je plastischer die Thonsorte ist, um so mehr lässt sich von gebrannter Masse zusetzen.

Ein Zusatz von Quarz ist oft für die Gefässe zu empfehlen, welche hohe Hitzegrade ertragen sollen; z. B. Tiegel, in denen ein Kohlentiegel hergerichtet werden soll, Muffeln, feuerfeste

Thonsteine &c. — Kommen jedoch die Gefässwände in unmittel
bare Berührung mit Bleiglätte oder alkalischen Flussmitteln, s
ist Quarzsand unbedingt schädlich, weil er das Durchfresse
befördert.

phittiegel. Graphittiegel oder Tiegel, bei denen man den Graphit
zusatz durch Kohlen- oder Cokespulver ersetzt hat, können nur
dann benutzt werden, wenn Kohle auf die beabsichtigte Operation
keinen nachtheiligen Einfluss ausübt. Beide Sorten werden je
doch nur wenig verwendet; die Graphittiegel sind zum gewöhn
lichen Gebrauche zu theuer und die zweiten werden durch
das Wegbrennen der Kohle und Cokes leicht zu porös und
locker.

Erhält der Thon einen Zusatz, so ist es gut, die angefeuchtete
Mengung Tage-, selbst Wochenlang zwischen jeder neuen Durch
arbeitung liegen zu lassen, weil sie hierdurch an Gleichförmigkeit
und Bildsamkeit gewinnt.

ertigung Die Scherben und kleinen Tiegelsorten werden fast stets
r Tiegel. auf ähnliche Art mit Mönch und Nonne gefertigt, wie die Capellen
(Taf. IV. Fig. 75); a hartbölzerner Mönch mit Leitstift b; c Nonne
aus Messing; d hölzerner Untersatz mit dem Eisenplättchen e
welches die nöthige Durchbohrung für den Leitstift enthält
f Luftlöcher. Nach dem Herausziehen des Mönchs wird die
Öffnung im Boden des Tiegels mit Thon verstrichen. g Mönch
von anderer Form.

Um ein Anhaften des Thons an die Form zu vermeiden,
wird letztere schwach mit Öl bestrichen. Bei Tiegeln, namentlich bei grössern, ist die Nonne wohl durch einen senkrechten Schnitt durch ihre Axe in zwei Theile getrennt, die beim Schlagen oder Pressen der Tiegel durch einen oder mehrere Ringe zusammengehalten werden, auch ist wohl zur Unterlage ein festes Bodenstück vorhanden. Die grösseren Tiegel, so namentlich die Hessischen Tiegel und Tuten, wie auch die Passauer Tiegel und Retorten werden auf der Töpferscheibe gedrehet, obgleich sie in Formen geschlagen von mehr gleichmässiger Stärke ausfallen. Von den Retorten wird nur der Bauch auf der Scheibe gedreht und der enge Hals besonders geformt und angesetzt. Das

n der Tiegel verursacht mehr Kosten als das Drehen auf der

enig eingeführt ist das Verfahren: kleine Tiegel, Retorten, erben &c. auf die Art anzufertigen, dass man die zu einem Breie angerührte Thonmasse in eine Form von Gyps sie eine kurze Zeit darin stehen lässt und dann das wieder abgiesst. An die Gypsform legt sich dadurch onkruste an, da die lockere Gypsform Wasser wegsaugt. niger Zeit wiederholt man das Eingiessen &c. des Thon- bis die Gefässwände hinreichende Stärke erlangt haben. nigem Trocknen wird die innere Gefässwand mit einem glatt gedrückt und die Gypsform zum Herausnehmen des s umgedreht oder geöffnet, wenn sie aus zwei Hälften

Die Muffeln werden aus noch weichen geschnittenen formten Thonblättern über einer hölzernen Form, welche talt der inneren Muffel hat, zusammengefügt und nach Trocknen die Seitenöffnungen eingeschnitten, auch, wenn fel Zusammenhalt gewonnen hat, die hölzerne Form weg-. Die Thonsteine &c. erhalten ihre Formen in hölzernen en oder Rahmen, deren Theile einzeln vom Thonsteine ommen werden können, wenn man die Keile, durch sie zusammengehalten werden, entfernt hat. Muffeln.

Münzproben sind Öfen mit eisernen Muffeln ohne tt den thönernen vorzuziehen. Erstere leiten die besser, glühen gleichmässiger und man hat dabei auf te Vertheilung des Feuers um die Muffel weniger zu Die Kapellen können deshalb in solchen Öfen ganz vorn Muffelmündung treibend erhalten und der Luftwirkung chmässiger ausgesetzt werden.

An die Retorten (Taf. II. Fig. 36. K) und Röhren nan gewöhnlich noch die besondere Anforderung, dass rchdringlich für wässerige Flüssigkeiten und Gasarten ine Bedingung, auf welche man bei den Tiegeln und Thongefässen nicht zu bestehen braucht. Diese Eigen- sst sich gewöhnlich nur auf Kosten der übrigen erreichen. annten Kolben und Retorten von Waldenburg in Retorten und Röhren.

Sachsen werden aus einem nicht höchst feuerfesten Thone bei einem sehr starken Zusatze von Flusssand angefertigt und in so hoher Temperatur gebrannt, dass der Bruch der Gefässe einen beginnende Verglasung zeigt. Sie ertragen keinen schnellen Temperaturwechsel, halten aber bei vorsichtiger Behandlung einer für viele Proben genügende Hitze völlig gut aus.

Muss man poröse Retorten benutzen, so kann man solche vorher durch Aufschmelzen eines Glasflusses undurchdringlich für Gasarten machen. Dieser Glasfluss wird mit Wasser zu einem steifen Breie angerührt und von aussen in dünner Lage auf die Retorte aufgetragen. Nach dem Trocknen desselben werden die Retorten, um ihn zu schmelzen, besonders geglüht, denn da der Glasfluss erst in der Hitze schmilzt, so würden, wenn man die Operation und das Anschmelzen gleichzeitig vornehmen wollte, bevor der Glasfluss geschmolzen ist, dennoch Gasarten entweichen können. Als Glasfluss kann man Borax allein, oder besser denselben mit grösseren Mengen Glas oder Lehm (oder Lehm und Kochsalz) versetzt anwenden.

ehandlung r Thongefässe.

Alle Thongefässe müssen nach der Anfertigung anfänglich im Schatten oder in gelinder Stubenwärme abtrocknen, später werden sie in der Sonne oder in stärkerer Wärme völlig ausgetrocknet. Tiegel, welche Graphit oder Cokes eingemengt enthalten, sind nun fertig zum Gebrauche, die übrigen Thongefässe werden in einem gut ziehenden Töpferofen hart gebrannt. Viele Thontiegel &c. würden zwar bei sehr langsam steigender Wärme auch ungebrannt benutzt werden können; theils aber sind diese Gefässe zu zerbrechlich, theils ist bei den dokimastischen Untersuchungen ein so langsames Anheitzen, wie es für Glashäfen, Tiegel zur Gussstahlfabrikation &c. in den betreffenden Hütten geschieht, gar nicht ausführbar.

Auf das beim Trocknen und Brennen der Gefässe eintretende Schwinden muss für die Bestimmung ihrer Grösse Rücksicht genommen werden. Es ist zur Ersparung an Material- und Feuerungskosten sehr gut, die Muffeln, Tiegel und Ansiedescherben in ein richtiges Dimensionsverhältnis unter sich zu bringen, damit wenn die Muffel besetzt wird, keine Räume in

derselben bleiben, welche leer stehen, weil sie zu klein sind, um noch einen Tiegel oder Ansiedescherben fassen zu können.

Im Laboratorio müssen die Thongefässe an einem trocknen Orte aufbewahrt werden, da angezogene Feuchtigkeit, z. B. aus feuchten Kellern, hinreichen kann, ein Springen der Gefässe bei etwas schnellem Anwärmen zu bewirken.

§. 10. Kohlen- und Cokescapellen.

Capellen dieser Art werden zur Entfernung des bei manchen Arsenmetallen im Überschusse vorhandenen Arsens angewandt. Braucht die darauf zu behandelnde Probe nicht lange im Feuer zu stehen, so lassen sich Kohlencapellen (Taf. IV. Fig. 76) gut gebrauchen, welche dadurch erhalten werden, dass man eine von Rissen freie, gut ausgebrannte, möglichst dichte Holzkohle mittelst einer kleinen Säge und eines Messers in ein 1" hohes und 1½" starkes Prisma verwandelt und auf einer der beiden ebenen Endflächen mittelst des Messers ein halbkugelförmiges Loch von ½" Tiefe ausschneidet.

Soll die Probe längere Zeit im Ofen bleiben, so muss man sich der schwerer zerstörbaren Cokescapellen bedienen, welche in nachstehender Weise angefertigt werden: Möglichst aschenarmer Coke wird zu sehr feinem Pulver zerrieben, dieses durch ein Haarsieb geschlagen und 4 Theile davon in 1 Theil Schwarzpech, welches über Feuer eben flüssig gemacht ist, unter stetem Umrühren mit einem Holzspatel nach und nach in solcher Menge eingetragen, bis eine steife Masse entstanden ist, die nichts mehr davon aufnimmt. Nach dem Erkalten reibt man die Masse zu Pulver, mengt das übrige Cokespulver darunter, lässt das Ganze mehrmals durch ein Haarsieb laufen und bringt das Siebfeine abermals bei erhöhter Temperatur zum Erweichen und schwachen Dampfen. In diesem Zustand schlägt man daraus in einer vorher erwärmten Capellenform aus Messing oder Eisen Capellen (Taf. IV. Fig. 77) von etwa 1½" oberem und 1¼" unterem Durchmesser und 1" Höhe. Sodann werden die Capellen in einem bedeckten Thontiegel, den man allmählich bis zum schwachen Glühen erhitzt, ausgeglüht, wobei das Bindemittel

verkohlt. Entweicht kein brennendes Gas mehr, so nimmt
den Tiegel aus dem Ofen, lässt ihn bedeckt erkalten und
leert ihn. Gute Cokescapellen sind blasenfrei und kling
Haben sich darin Blasenräume gebildet, so sind sie unbrauchb

§. 11. Übrige Geräthschaften des Probierers.

Allgemeines. Es ist um so weniger nöthig, eine speciellere Beschreibung dav
zu geben, da man solche zum Theil nur einmal gesehen zu hab
braucht, um ihren Gebrauch zu kennen. Wo zu den einzeln
quantitativen Proben noch besondere Vorrichtungen nöth
werden, sind sie bei diesen Proben näher angegeben. Zu d
gewöhnlichen Geräthschaften gehören vorzugsweise:

a. die Vorrichtungen zum Wegnehmen, Zer-
kleinen, Laminieren, Sieben &c. des Probierguts
als: Schöpflöffel, Meissel, Hohlmeissel, Bohrer, Reib-
schalen aus diversem Materiale, und zwar eine grössere guss-
eiserne Reibschale (Taf. IV. Fig. 78) von etwa 10″ Durchmesse
nebst eiserner Reibkeule zum Feinreiben der Proben, eine kleiner
Reibschale (Taf. IV. Fig. 79) von etwa 4″ Durchmesser, au
Gusseisen oder Messing gefertigt, zum Aufreiben der Röstprobe
&c., Reibschalen von Serpentin oder Porzellan zum Zusammen-
reiben der Beschickung &c., Stahlmörser nach Abich
(Taf. IV. Fig. 80), bestehend aus einer gehärteten runden Stahl
platte a b mit einer 6 Millimeter betragenden cylindrischen Ver
tiefung, in welche ein hohler Cylinder d e von Eisen von 2
Millimeter Durchmesser und 21 Millimeter Höhe und in diese
wieder ein anderer massiver, 45 Millim. hoher und 18 Millim. stark
Cylinder f von gehärtetem Stahl passt; Reibplatten von Guss-
eisen, Mörser mit Schliessdeckel, um ein Verstäuben und Ver
zetteln zu vermeiden, Ambos mit Hämmern &c. Der Am-
bos zum Aufschlagen der Scherben und Tiegel braucht nur gut
geebnet zu sein; der Ambos dagegen zum Laminieren, z. B. der
Goldproben, muss, wie auch der zugehörige Hammer, völlig blank
und eben poliert sein; man macht seine Fläche dann bis 5″ und
mehr ins Quadrat gross. Dem Hammer, der eine etwa $1\frac{1}{2}$—2″
ins Quadrat grosse Fläche hat, gibt man abgerundete Kanten.

ssend zum Ausstrecken dehnbarer Metalle und Legie-
ist ein kleines Walzwerk, welches durch eine Hand-,
ewegt wird. Ferner gehören hierher Stockscheeren
wöhnliche Scheeren, diverse Feilen und Raspeln,
mit rauhen und mit glatten inneren Flächen; auch ist
ein Schraubstock nützlich. Zur Erzielung gleich
Kohlenstücke für die Gebläseöfen &c. benützt man wohl
nannte Kohlenscheere. Von Sieben müssen sehr
dene Gattungen vorhanden sein, verschieden sowohl nach
sse der Öffnungen, als nach dem Materiale (Metalldraht,
echte, Seidenzeug &c.) des Siebbodens. Um ein Ver-
zu verhindern, ist bei den feineren Sieben jedes der-
nit einem Deckel zu versehen, ausserdem befindet sich
untergesteckten Ringe unter dem Siebboden noch ein
oden, auf dem sich das Durchfallende ansammelt. Soll
iergut durch feine Leinewand, Seidenzeug &c. gebeutelt
so wird solches, wie Fig. 81 Taf. IV. zeigt, in die Mitte
ches geschüttet und solches zu einem kleinen, etwas ge-
n Sack i mittelst eines Fadens s zusammengebunden.
ngt den Sack in ein Zuckerglas und bindet das Tuch
oberen Rand desselben n l fest, und zwar so, dass beim
n des Glases der Sack i gegen die Seitenwände an-
nd sich ohne alles Verstäuben das feine Mehl im Glase

Die Vorrichtungen, um die verschiedenen Ge-
Hülfsmaterialien &c. in und aus den Öfen zu
n. Sie sind sämmtlich von Eisen gefertigt. Hierher ge-
e gewöhnlichen Klüfte von verschiedener Länge und
er Arme. Taf. IV. Fig. 82 gewöhnliche Kluft von 2—3'
m Einsetzen der Bleitiegel, Röstscherben, Capellen &c.;
Fig. 83 Kluft, vorn gekrümmt, zum Aufsetzen der Werk-
e, der Kobalt- und Nickelkönige &c.; die Gabelkluft
Fig. 84), deren einer Arm vorn in einen hufeisenförmi-
tz endet, um damit den Boden der Röst- und Ansiede-
zu umfassen, während der andere gerade Arm den
festdrückt; Tiegelzangen (Taf. IV. Fig. 85), eiserne
(Krücken), Kühleisen (Taf. IV. Fig. 86), grosse und

kleine Haken, Löffel mit langem Stiel zum Nachtragen von Substanzen &c.

c. Die Vorichtungen, um glühende Gefässe oder auszugiessende geschmolzene Massen aufzunehmen, als: Eisenbleche mit Stiel oder auch mit einem Handgriffe versehene und mit einer Thonplatte belegte Bretter zur Aufstellung von glühenden Capellen, Tiegeln &c. Ferner Ausgiessbleche mit halbkugelförmigen Vertiefungen von 1—2" Durchm.; man hat sie von Messing-, Kupfer- und Eisenblech. Aus ersterem lassen sie sich leichter anfertigen, kommen aber theurer, weshalb man für die Erzproben gewöhnlich Eisenblech wählt. Kupferne Giessbleche sind den eisernen vorzuziehen, indem letztere wegen rascherer Ableitung der Wärme aus den ausgegossenen Proben einen Rückhalt von Bleitheilchen in der Schlacke veranlassen. Werden die Vertiefungen nicht blos zur Aufnahme trockner Substanzen benutzt, sondern z. B. eine Verschlackungsprobe eingegossen, so müssen sie vorher mit Kreide, Röthel &c. ausgestrichen und erwärmt sein. Es gehören hierher auch Ingüsse mit rinnenförmigen Vertiefungen, so dass die gegossene Masse Zaine gibt; Ingüsse aus zwei Hälften bestehend, mit kegelförmigen, kugel- oder halbkugelförmigen hohlen Räumen u. dgl.

d. Vorrichtungen, welche vorzugsweise dem analytischen Chemiker entlehnt sind und über welche in den betreffenden genannten chemischen Werken das Nähere nachzusehen ist; namentlich Glasgefässe, als: diverse Bechergläser, Probierröhren mit Gestell, Trichter, Trichterteller oder Stative zum Halten der Trichter, Digiergläser, Glasröhren, Rührstäbe, Glastafeln, Uhrgläser, Vorlagen und Retorten. Besonderer Erwähnung verdienen die Digierkolben für die Goldproben; sie sind stärker im Glase gefertigt und müssen sehr gut gekühlt sein. Man setzt sie fast stets unmittelbar dem Kohlenfeuer aus, vermeidet jedoch, dass sie von den Kohlen berührt werden; sie springen sehr selten, es sei denn, dass glühende Kohlen Theile berühren, in denen keine Flüssigkeit ist. Fig. 87 zeigt einen solchen Kolben. Gewöhnlich haben sie eine ellipsoidische, fast

rmige Gestalt und laufen in einen 6—7″ langen, etwa ½″
Hals aus; sie können in ihrem Bauche 2—3 Unzen Wasser
Ferner gehören hierher Eindampf- oder Digerier-
en von ächtem Porzellan, dergleichen Tiegel und solche
lin oder chemisch reinem Silber, Korkbohrer, Filtrier-
r, eine kupferne verzinnte Digerierblase nebst Kühl-
tung zur Destillation des Wassers, Liebigsches Kühl-
(Taf. IV. Fig. 88), a Röhre zur Aufnahme des verflüch-
Körpers; b Röhre zum Einlassen von kaltem Wasser;
re zum Abfluss des erwärmten Wassers; d Retorte;
ge in Charnier zum Auf- und Niederbewegen der äusseren
f; g Stativ.

Apparate zur Entwicklung von Kohlensäure
ei der Margueritteschen und Fuchsschen Eisenprobe)
chwefelwasserstoffgas (z. B. bei der Heineschen
rprobe) &c. Man benutzt zu letzterem Zwecke Flaschen a
V. Fig. 89), welche theilweise mit kohlensaurem Kalk oder
feleisen gefüllt werden. Durch die mit einem Stöpsel c ver-
, eingeschliffene Glasröhre b giesst man eine passende
in das auch mit Wasser versehene Gefäss, wo dann das
kelte Gas durch d entströmt. — Noch weniger, als in
n Apparate, tritt ein Gasverlust und bei Schwefelwasserstoff
nangenehmer Geruch ein bei Anwendung des Kippschen
ates (Taf. IV. Fig. 90). In das Gefäss a thut man durch
asableitungsröhre e kohlensauren Kalk oder Schwefeleisen
gibt in die Kugel b saures Wasser. Dieses fliesst in der
chliffenen Röhre c in die untere Abtheilung d des Be-
s, tritt darin in die Höhe bis zur Berührung mit den Sub-
n in a, worauf die Gasentwicklung beginnt. Das Gas tritt
e aus. Je nachdem man die Flüssigkeitssäule in b er-
oder erniedrigt, strömt das Gas unter mehr oder weniger
aus. — Mohr bedient sich einer selbstwirkenden Kohlen-
entwicklungsflasche (Taf. IV. Fig. 91) nach dem Princip
Döbereinerschen Zündlampe. a Glasgefäss mit einem
heiligen Deckel b, in welchem eine unten offene Glasflasche
geklemmt ist. In derselben befindet sich auf einem durch-
ten *Brettchen d, das durch einen* Draht e gehalten wird,

Strontianit in Stücken f, welcher vor Kreide den Vorzug ha nicht abzubröckeln und ein nutzbares Salz zu geben. Durc die Öffnung g im Deckel giesst man verdünnte Salzsäure in di Flasche, welche in Berührung mit dem Strontianit kohlensaure Gas entbindet. Dieses tritt durch h und passiert, ehe es durc Kautschuk- oder Glasröhren weiter geleitet wird, eine theilwei mit Wasser gefüllte Glaskugel i, um die Stärke des Gasstrome die man durch den Hahn k oder einen anzubringenden Quetsch hahn (Fig. 94) reguliert, zu erkennen. — Fresenius wend einen ähnlichen Apparat, aus dem mehrere Röhren h führen, f Schwefelwasserstoffgas an.

Bei der gewöhnlichen Art des Einleitens des Schwefelwasse stoffgases in eine Flüssigkeit gehen mitunter $^{19}/_{20}$ des entwickelte Gases verloren, was Le Play [1]) durch Anwendung eines zweck mässigen Apparates (Taf. IV. Fig. 92) vermeidet. a Leitungsroh an dessen in die Flüssigkeit tauchendem Ende eine Glasglock oder ein Trichter b angelöthet ist. Bei dieser Einrichtung biet das Gas der Flüssigkeit eine grosse Oberfläche dar; c Glas zur Au nahme der Flüssigkeit, mit durchlöchertem Deckel d.

Zuweilen wendet der Probierer, z. B. zur Prüfung de Säuren, bei der Pottaschenprobe, der Margueritteschen Eisenprob &c., die Titriermethode, Massanalyse oder vo lumetrische Analyse [2]) an und bedarf dazu der Büretten [3] und Pipetten, calibrierte Glasgefässe, aus denen man Flüssig keiten mit einem bestimmten, vorher festgestellten Gehalt ode Titre in die Probeflüssigkeiten bis zum Eintritt gewisser Reactione giesst und aus dem Volumen der verbrauchten titrierten Flüssig keit den Gehalt der Probeflüssigkeit ermittelt.

Von den meist in Cubikcentimeter eingetheilten Bürette

---

[1]) Le Play, Beschreibung der Kupferhüttenprocesse in Wales. Deutsc von Hartmann. Quedlinb. u. Leipz. 1851, pag. 229.

[2]) Schwarz, prakt. Anleit. z. Massanalysen. 2. Aufl. Braunschw. 185 Mohrs Lehrb. d. chem.-analyt. Titriermethode. Braunschw. 1855.

[3]) Vorrichtung zur Theilung und Calibrierung der Büretten: Handwörter buch der reinen und angewandten Chemie von Liebig, Poggen dorff und Wöhler. II. 1053.

ehlt sich vor Allem Mohrs Quetschhahnbürette (Taf. IV. 93), a eine etwa 17mm weite, in Cubikcent. eingetheilte und am ren Ende ausgezogene Glasröhre; b Kautschukröhre, etwa 25mm , an das ausgezogene Ende der Röhre a angebunden und am un- n Ende mit einer kleinen ausgezogenen Glasröhre c versehen. Der tschhahn d (Taf IV. Fig 94) aus hartgezogenem Messingdraht 2½—3mm Dicke schliesst die Röhre b aus vulkanisiertem utschuk. Die ganze Vorrichtung kann in einem Stativ f loth- ht gestellt werden. Beim Öffnen des Quetschhahnes fliesst e in a enthaltene titrierte Flüssigkeit aus. Der Nullpunkt der eilung in gewöhnlich 60 C. C. befindet sich oben. Wird die rte Flüssigkeit durch organische Körper (Kautschuk) ver- dert, wie z. B. übermangansaures Kali, so zieht man eine asröhre an beiden Enden aus und bringt die Quetschhahnvor- htung oben an. In solchem Falle kann man sich auch der nfachen Gay-Lussacschen Bürette (Taf. IV. Fig. 95) dienen; a eine calibrierte Glasröhre, in welche die vorn gebogene ssröhre b eingestellt, auch wohl mittelst eines Stöpsels c be- igt wird. Sie ist 12″ lang, 6‴ weit und in 25—50 Cubikcent. getheilt.

Die Pipetten oder Saugröhren sind mehr oder weniger e, mit weiteren Cylindern oder Kugeln versehene Glasröhren . IV. Fig. 96, a, b, c), mittelst deren man gewisse Volumina rter Flüssigkeiten (1—150 C. C.) aufsaugen oder aus einem isse herausnehmen und bei oben aufgedrücktem Finger, ohne ein Ausfluss stattfindet, halten kann. Lässt man mit dem ke des Fingers nach, so fliesst die Flüssigkeit aus und zwar man ein durch Marken zu bezeichnendes bestimmtes Vo- n herauslassen.

e. Diverse Vorrichtungen. Wasserkessel, Koh- chaufel &c. Zur Aufnahme der auf der Capelle ge- enen Silberkörner &c. dienen Bleibleche mit kleinen ugelförmigen Vertiefungen; zum Abnehmen derselben techen) von der Capelle besondere Kornzangen, welche e Halbkugel enden und innere glatte Flächen haben, zum gen Kratzbürsten von steifen Schweineborsten. — Ein *meter mit dem dazu gehörigen* Cylinder dient, um die zu

verwendenden Säuren auf das erforderliche specifische Gewicht zu verdünnen, eine Libelle, nöthigenfalls zur bessern Aufstellung der Waagen, dann Thermometer zu den Salpeterproben. Ferner Magnetstab, Loupe, Spatel, Mengkapseln von Kupfer oder Messing (Taf. IV. Fig. 97, a und b), kleine Löffel, Pincetten, Pinsel &c.

f. Gefässe zum Aufbewahren der Hülfsmaterialien.

Vierter Abschnitt.

Gewöhnliche Hülfsmaterialien.

§. 12. Lösungsmittel, Reagentien, Zuschläge, Flussmittel.

Allgemeines. In den meisten Fällen, wenn man nicht etwa nur die Schmelzbarkeit eines Probierguts, Ansehen nach dem Schmelzen, Gewichtsverlust oder Gewichtsvermehrung beim Glühen u. dgl. bestimmen will, bedarf man zur Anstellung der dokimastischen Proben eines Zusatzes, der die vorliegende Absicht zu erreichen möglich macht oder befördert. Bei den Proben auf trockenem Wege ist die zugeführte Wärme das allgemeine Lösungsmittel, bei denen auf nassem Wege bedarf man besonderer Lösungsmittel.

Die gewöhnlicheren und wichtigeren dieser Hülfsmaterialien sollen hier kurz angeführt werden; ihre Anwendung wird später bei den einzelnen Proben näher gezeigt. Bei diesen soll auch, falls sie besondere Reagentien und Zuschläge erfordern, dies näher angeführt werden.

alpetersäure. 1. Salpetersäure. Die aus chemischen Fabriken als chemisch rein bezogene Salpetersäure darf der Probierer niemals ohne Prüfung als solche annehmen. Die reine Salpetersäure ist farblos und hinterlässt beim Verdampfen keinen Rückstand (ein solcher ist am besten auf Platin zu erkennen), sie wird weder von salpetersaurem Silber noch von salpetersaurer Baryt-

erde gefällt, wenn sie vorher mit destilliertem Wasser verdünnt ist. Um sicher zu entscheiden, ob durch diese beiden Reagentien kein Niederschlag entsteht, müssen die gemischten Flüssigkeiten ruhig einen Tag gestanden haben. Wenn sich ein Niederschlag bildet, so lässt man denselben sich absetzen, nachdem man das Reagens in einigem Überschusse zugegeben hat und destilliert dann die Säure in einer Glasretorte bis auf einen kleinen Rest über. Ein geringer Gehalt von Schwefelsäure in der Salpetersäure soll nach Chaudet den Rückhalt des Silbers bei der Goldprobe vermehren [1]), ausserdem kann er bei anderen Proben noch mannigfach schädlich wirken. Ein Gehalt von Salzsäure ist nur dann unschädlich, wenn die Salpetersäure zur Bereitung des Königswassers benutzt wird. Soll die Salpetersäure nur zu Goldproben dienen, so kann ein Abdestillieren derselben, wenn sie mit salpetersaurem Silberoxyde einen geringen Niederschlag gab, unterlassen werden, weil für diese Proben ihr ein geringer Gehalt an salpetersaurem Silber nichts schadet. Nach etwas im Überschuss zugesetzter Silberlösung lässt man dann das Chlorsilber sich absetzen und filtriert die Säure durch eine unten zugespitzte Röhre, in welche man erst einige kleine Glasstücke und dann eine $1\frac{1}{2}$" starke Lage Glaspulver gelegt hat, oder man lässt sie 14 Tage an einem dunklen Orte völlig sich klären und zieht sie mit einem vorher mit Wasser gefüllten Heber ab. Die Salpetersäure muss ausserdem frei von salpetriger Säure sein, weil letztere in geringer Menge das Gold auflöst; diese Bedingung steht am leichtesten zu erreichen, da sie durch ein leichtes Aufkochen in offenen Gefässen von einem etwaigen Gehalte derselben, welcher sich, sobald er in einiger Menge vorhanden, durch eine gelbliche Färbung zu erkennen gibt, völlig befreit wird. Man bedarf die Salpetersäure von verschiedenen und bestimmten Graden der Concentration. Die verdünnten Säuren erhält man durch Zusatz von destilliertem Wasser und bedient man sich zur Bestimmung der Stärke am besten der nach dem specifischen Gewichte eingetheilten Aräometer.

[1]) Dies erklärt sich leicht dadurch, dass das Goldsilberkorn wohl nie absolut frei von Blei zu erhalten steht.

em Königswasser analog wirkt ein Gemisch von Kochsalz, oder Kalisalpeter und Schwefelsäure.

4. Schwefelsäure. Man wendet nur die wasserhaltige Schwefelsäure (das erste Schwefelsäure-Hydrat) bei den dokimischen Untersuchungen an. Die reine Säure ist farblos und beim Verdampfen keinen Rückstand, erzeugt auch bei dem Verdünnen mit reinem Wasser keinen Niederschlag. Mit der Lösung von Indigo in rauchender Schwefelsäure gekocht, färbt sie diese nicht. Mit Wasser verdünnt und auf reines Zink gossen, entwickelt sie reines Wasserstoffgas, welches durch ein Glasrohr geleitet keinen Metallspiegel (Arsenik, Antimon) entwickelt, wenn man eine Stelle des Rohrs durch eine Weingeistflamme erhitzt. Einer völlig reinen Säure bedarf man vorzugsweise für die Untersuchung platinhaltiger Legierungen, für die meisten anderen Zwecke bedarf man keiner völlig chemisch reinen Säure und genügt eine gewöhnliche gute englische Schwefelsäure.

Schwefelsäure.

Die Stärke der Schwefelsäure lässt sich auf massanalytischem Wege mittelst einer titrierten Ätznatronlösung prüfen (Mohr, c. l. 87). Auch kann man, statt des Marmors bei Salpeter- und Salzsäure, ein Stückchen reinen Magnesit anwenden.

5. Essigsäure; sie braucht nicht concentriert zu sein; darf vorzugsweise keine Schwefelsäure oder schweflige Säure enthalten, daher durch Barytlösung weder für sich noch nach längerigem Kochen mit Salpetersäure einen Niederschlag erleiden; ausserdem muss sie farblos sein und darf beim Verdampfen keinen Rückstand lassen, weder Silberlösung fällen, noch mit Indigolösung gekocht diese entfärben.

Essigsäure.

6. Destilliertes Wasser; es muss farblos, vollkommen klar und ohne Wirkung auf Reactionspapiere sein, etwas eingedampft durch salpetersauren Baryt, salpetersaures Silber, Kalkwasser oder oxalsaures Ammoniak keine Trübung geben. Es muss ohne Rückstand verdampfen. Bei der Destillation des Wassers giesst man die zuerst übergehenden Theile weg, weil sie gewöhnlich Ammoniak enthalten, auch treibt man die Destillation nicht weiter, als bis etwa $^3/_4$ des Wassers übergegangen sind. Regenwasser, in Glas- oder Porzellangefässen, die etwas

Destilliertes Wasser.

[redacted] kann das destillierte Wasser [redacted]

[redacted] Kohlenpulver (Cokes, Anthracit, Graphit) [redacted] dient als Reductionsmittel, [redacted] die Seele gleichzeitig zur Reduction [redacted] zum Schutz der Tiegelwände, wie auch zu [redacted] der Einwirkung der Tiegelmasse auf das Probier [redacted] verwendet, muss sehr fein gepul [redacted] In der Aufbewahrung schützt man si [redacted] Graphitpulver wählt man gut au [redacted] Cokespulver, so darf man das [redacted] waren, welche nur wenig Asche beim Ve [redacted] Cokespulver von merklich Schwefe [redacted] zu verwerfen. In vielen Fällen [redacted] Graphitpulver jedem anderen Kohlenpulv [redacted] man den Graphit so frei vo [redacted] dass er beim Verbrennen nicl [redacted] unterlässt. Unreiner Graphit wir [redacted] mit 2 Volumtheilen kohlensaure [redacted] bedeckten Thontiegel bis zum Glühen erhitzt, di [redacted] und behuf Ausziehung von kiese [redacted] Wasser gekocht. Den Rückstand behandelt ma [redacted] Salpetersäure oder Salzsäure in der Wärme, u [redacted] zu lösen, filtriert, wäscht den Rückstan [redacted] Sollte beim Zusatz der Säure gelatinös [redacted] werden, so nimmt man dieselbe durc [redacted] Natronlauge oder Sodalösung weg und wäscht mi [redacted] Wasser hinreichend aus.

[redacted] Kostgroschen verdient oft das am wenigsten schnel [redacted] Kohlenpulver (Anthracit, Graphit) deshalb den Vor [redacted] leichter Verbrennliche (Cokes, Holzkohlen) unte [redacted] theilweise verbrannt ist, ehe die Körper, au [redacted] reducierend einwirken soll, recht ins Glühen gekom [redacted] Jedenfalls verzehrt sich eine gleiche Menge Holz [redacted] schneller als Graphitpulver und macht einen öfteren

[redacted] Chem. Centr. 1853, p. 1004. — Österr. Zeitschr. 1855, p. 355.

nöthig. Bezweckt man bei der Röstarbeit ausser der
tion noch eine Auflockerung des Probierguts oder will man
sammensintern desselben verhindern, so ist Holzkohlen-
okespulver dem Graphitpulver vorzuziehen. Einige That-
scheinen darauf hinzuweisen, dass, wenn man statt des
pulvers ein unverkohltes Brennmaterial, z. B. feine Raspel-
ägespähne von Holz bei der Röstarbeit anwendet, durch
h bei der Verkohlung desselben entwickelnden Gasarten
ollständigere Abscheidung der zu entfernenden Körper
lich des Arsens erreicht wird. Weitere Erfahrungen
jedoch diese Sache noch bestimmter erörtern.
Metallproben z. B. Zinn- und Kupferproben, die in Pro-
n geschmolzen werden, hat sich nach Plattner die
dung von Holzkohle in Form eines Stückchens von etwa
ürfelseite in sofern förderlich erwiesen, als dadurch jeder
des auszubringenden Metalles durch Verschlackung ver-
wird, weil das Kohlenstückchen während des Schmelzens
obe von Kochsalz durchdrungen in der flüssigen Kochsalz-
niedersinkt, mit der ebenfalls flüssigen Schlacke in Be-
g kommt und den zur Reduction noch nöthigen Kohlen-
gibt. Wird das Kohlenstückchen zu gross genommen, so
u viel Salz in dasselbe ein und die Probe wird von der
ke zu sehr entblösst. Auch wirkt die Kohle auf die aus
schickung entwickelte Kohlensäure reducierend ein und
eine Atmosphäre von Kohlenoxydgas, in Folge dessen es
die Strengflüssigkeit der Beschickung befördernden bedeu-
Kohlengehaltes derselben bedarf.

hangsweise müssen noch erwähnt werden:

Stärkemehl. Stärkemehl, Waizen- oder Roggenmehl. Es kann
lnen Fällen zu Reductionen angewendet werden, welche in
vorgenommen werden und es verdient wohl jedenfalls
n sonst vorgeschlagenen fetten Ölen, Talg &c. den Vor-
es bei der Verkohlung nicht kocht und aufbläht. Es
dabei blos etwas zusammen und da es sich, besonders
s scharf getrocknet ist, bereits in einem hohen Grade
echanischen Vertheilung befindet: so kommt es dadurch
ehr in innige Berührung mit den zu reducierenden Körpern.

Sich bei der Verkohlung zersetzend, entwickelt es in Men reducierend wirkende Gasarten, welche den vorgesetzten sehr befördern, aber auch seine Anwendung da verbieten, Probe nicht schnell in Fluss geräth oder durch die Gasarte mechanische Verluste herbeigeführt werden können.

Zucker. b. Zucker und Zuckerkohle. Der Zucker m Alkohol gelöst und umkrystallisiert sein. Hierdurch wird allen Asche gebenden Bestandtheilen befreit und kann n gleich oder vorher verkohlt zu Reductionen benutzt werd denen man den Einfluss der bei Anwendung anderer Ko rückbleibenden Asche vermeiden will. Er liefert bei d kohlung stark reducierend wirkende Gasarten, aber er s dabei und blähet sich sehr auf. Er hinterlässt etwa 14 poröse Kohle.

Colophonium. c. Colophonium (Geigenharz). Es findet fast den Proben auf Rohstein Anwendung, da die Erfahrung hat, dass es bei diesen das Zusammentreten des Rohst einem Regulus befördert.

Kohlensaures Ammoniak. 8. Kohlensaures Ammoniak, in einem gut ver senen Glase aufbewahrt, wird in gepulvertem Zustande z legung der beim Rösten mancher Schwefelmetalle geb schwefelsauren Metalloxyde angewandt, indem sich dasse Glühhitze mit deren Schwefelsäure zu einer flüchtigen Verb vereinigt. Schwefelsaures Bleioxyd, sowie basisch arse Nickel- und Kobaltoxyd werden gar nicht oder nur unvoll von dem kohlensauren Ammoniak zerlegt.

Pottasche. 9. Pottasche, $\dot{K}\dot{C} = 68{,}09\ \dot{K}$ und $31{,}91\ \dot{C}$. Sie als Entschwefelungs- und Fluss beförderndes, zuweilen a auflösendes Mittel. Ihre chemische Einwirkung wird b einzelnen Proben näher angegeben.

Verunreinigungen. Die im Handel vorkommenden Pottaschensorten sind n ganz rein. Alle fremden Bestandtheile sind im Allgemein die beabsichtigte Wirkung hinderlich. Das neutrale kohle Kali ist in der Pottasche gewöhnlich begleitet von schwefels salzsaurem, phosphorsaurem und kieselsaurem Kali, Kies Eisenoxyd und Manganoxyduloxyd, auch kommen wohl N salze in ihr vor und unlösliche Kalk-, Magnesia- und Eise

ige Amerikanische Pottaschen enthalten auch ätzendes oder lerthalb kohlensaures Kali und Schwefelkalium. Ausserdem halten alle Pottaschensorten stets einige Procente Wasser, wie lstehende Analysen ergeben:

Vauquelin gab vor fast 60 Jahren einige Zusammenungen an, welche als Beispiel dienen mögen. Es enthielten 2 Theile:

Pottaschensorte	Kali	Schwefelsaures Kali	Salzsaures Kali	Unlösl. Rückstand	Kohlensäure und Wasser
stische	772	65	5	56	254
enkanische	857	154	20	2	119
tasche	754	80	4	6	306
ersche	720	165	44	24	199
nziger	603	152	14	79	304
d. Vogesen	444	148	16	34	510

Pottaschenanalysen von Herrmann (1), Pessier (2—6) Limpricht (7):

	$\dot{K}\ddot{C}$	$\dot{N}a\ddot{C}$	$\dot{K}\dddot{S}$	KCl	$\dot{H}$	Unlösl.
Tasaner Pottasche -	78,0	—	17,0	3,0	—	0,2
Toscanaer -	74,1	3,0	13,5	0,9	7,2	1,2
Amerikanische -	71,4	2,3	14,4	3,6	4,5	2,7
Desgl. röthlich -	68,0	5,8	15,3	8,1	—	2,3
Russische -	69,9	3,1	14,1	2,1	8,8	2,3
a. d. Vogesen -	38,6	4,2	38,8	9,1	5,3	3,8
Helmstädter -	49,0	—	40,5	10,0	—	—

Die Pottasche aus der Rübenmelasse von Waghäusel ält nach van Groningen (1) und Keller (2), ferner Pessier (3).

$\dot{K}\ddot{C}$	$\dot{N}a\ddot{C}$	$\dot{K}\dddot{S}$	KCl	KI	$\dddot{Si}$	$\ddot{\dddot{P}}$	$\dot{H}$	Unlösl.
94,392	Spr.	0,282	2,409	0,111	0,700	—	1,764	0,183
88,73	645	2,27	1,01	0,03	0,12	Spr.	1,39	—
76,40	16,30	1,20	4,10	—	—	—	0,60	1,1

Bley[1]) fand in illyrischer Pottasche:

	$\dot{K}\ddot{C}$	$\dot{N}a\ddot{C}$ und $\dot{N}a\dddot{S}$	$\dddot{Si}$ und $Ca\dddot{S}$
1. -	78,75	12,50	8,75
2. -	82,85	12,50	4,65

[1]) Archiv. Pharm. [2] LXVIII. 151.

Nach Fresenius und Will enthielten Böhmische P. 94,6 Illyrische P. 95,9, Sächsische P. 61,2 und Heidelberger P. 65 kohlensaures Kali.

Reinigung der Pottasche.

Soll die Pottasche als Entschwefelungsmittel dienen, so ist ein Gehalt an schwefelsaurem Kali oder Schwefelkalium am nachtheiligsten; ein Gehalt von Ätzkali würde unschädlich sein, wenn durch ihn nicht die Pottasche begieriger Wasser anzöge und feucht würde. Eine Pottasche, welche ausser dem Wassergehalte mehr als einige wenige Procente fremde Bestandtheile enthält, ist als Probiermaterial zu verwerfen und muss zuvor gut gereinigt werden. Dieses geschieht dadurch, dass man sie mit etwa gleichem Gewichte kochenden Regenwassers übergiesst, umrührt und später die klare Lösung von dem grösstentheils aus kieselsaurem Kali, Kieselerde, schwefelsaurem und phosphorsaurem Kali nebst Eisenoxyd und unlöslichen Erdensalzen bestehenden Rückstande abzieht und in einem reinen eisernen Kessel bis zur Salzhaut abdampft. Beim Erkalten der Lösung setzt sich dann neben etwas Chlorkalium besonders schwefelsaures Kali ab. Die rückständige klare Lösung, welche noch Chlorkalium und geringe Mengen von kieselsaurem und schwefelsaures Kali enthält, wird dann in einem blanken eisernen Kessel oder in einer Porzellanschale zur Trockne gedampft und in einem besonderen Brennofen von allem Wassergehalte befreit. Kleine Mengen fremder Bestandtheile bleiben in der Pottasche zurück, auch wird sie leicht durch die Ofenwände wieder etwas verunreinigt. Nach Juch[1]) ist es vortheilhaft, der zu reinigenden Pottasche $^1/_4$ ihres Gewichts Holzkohlenpulver vor dem Ausziehen mit Wasser zumengen, weil dann die Kieselerde vollständig im Rückstand verbleibt.

Reine Pottasche schmilzt in starker Hellrothgluth, Soda, Borax und Kochsalz in gewöhnlicher Rothgluth. Zum Aufschliessen von Substanzen bedient man sich zweckmässig eines Gemenges von 10 Theilen zerfallenem kohlensaurem Natron und 13 Theilen trocknem kohlensaurem Kali. Dieses Gemenge schmilzt leichter als seine beiden Bestandtheile.

---

[1]) Erdmann, J. f. pr. Chem. XXX. 320.

Da die Pottasche schnell Feuchtigkeit aus der Luft anzieht, aber nur im möglichst wasserfreien Zustande vom Probierer verwandt werden kann, so muss sie sorgfältig aufbewahrt werden; am besten an einem warmen Orte, etwa auf einem Stubenofen in einem steinzeugenen oder metallenen verschlossenen Gefässe, auch wohl in verkorkten Bouteillen. Aus gleichem Grunde ist es nicht zweckmässig, grosse Quantitäten im Voraus zu salvern. Aufbewahrung der Pottasche.

Zur Prüfung der Pottasche auf ihren Gehalt an kohlensaurem Kali sind mehrere Methoden angegeben. Folgendes Verfahren lässt bei einiger Vorsicht am kürzesten zu dem vorliegenden Zwecke völlig genügende Resultate erreichen. Prüfung der Pottasche.

Zunächst wird der Wassergehalt der Pottasche dadurch ermittelt, dass man eine etwas grössere Quantität abwiegt und in einem Bleitiegel schwach bis zur kaum sichtbaren dunkelsten Rothgluth so lange erwärmt, bis kein weiterer Gewichtsverlust stattfindet. Man hat höhere Hitze deshalb zu vermeiden, weil die Pottasche an die Tiegelwände anbacken und kein Abwiegen mehr gestatten würde. Der Gewichtsverlust ist als Wasser zu berechnen. Dann muss man sich durch Vorversuche überzeugen, ob die Pottasche kohlensaure Erdensalze, Ätzkali oder Schwefelkalium enthält. Ist dieses nicht der Fall, so wiegt man von der geglühten, wasserfreien Pottasche $314\frac{1}{2}$ Probierpfund ab und bringt sie in einen etwa $1\frac{1}{2}$—2 Unzen Wasser fassenden Kolben mit sehr langem Halse. Nun giesst man etwa $1-1\frac{1}{2}$ Loth (4—6 Probiercentner) reines Wasser mit der Vorsicht in den Kolben, dass alle etwa im Halse haftende Pottasche hineingespühlt wird. Jetzt wird der Kolben nebst Inhalt auf der Waage genau tarirt. Vorher hat man sich 650 Probierpfund gewöhnliches Kleesalz, welches in etwa erbsengrossen Stückchen genommen werden muss, abgewogen. Diese Menge Kleesalz wird nun nach und nach und ohne Verlust in den Kolben gebracht. Wenn alle Kohlensäureentwicklung aufgehört hat, so bringt man den Kolben auf die Waage zurück. Man wird finden, dass man der Tara weniger als 650 Pfund zulegen muss, um das Gleichgewicht herzustellen. Man habe A Pfund nöthig, so entspricht die Differenz 650—A der entwichenen Kohlensäure und jedes Wassergehalt. Gehalt an kohlens. Kali.

Pfund entwichener Kohlensäure zeigt bei obiger Pottaschenmenge ein Procent neutrales kohlensaures Kali in derselben an. Denn da 1 Aeq (865) neutrales kohlensaures Kali 1 Aeq (275) Kohlensäure enthält, so entspricht 1 Theil Kohlensäure 3,145 Theilen kohlensauren Kalis. Das Kleesalz ($KO,2\,[C_2O_3] + 2\,[HO] = 1720$) ändert sich hierbei ganz oder theilweise in neutrales kleesaures Kali um. Statt der 650 Theile Kleesalz kann man auch 650 gewöhnliche Weinsteinsäure in erbsengrossen Stücken verwenden und im Übrigen wie oben verfahren. Durch die Weinsteinsäure wird die Kohlensäure noch um etwas rascher ausgetrieben, aber sie macht deshalb auch mehr Vorsicht beim Eintragen derselben erforderlich. Man wählt einen langhalsigen Kolben, um einen Verlust von durch die Kohlensäure mit aufgerissener Feuchtigkeit möglichst zu vermeiden, und nimmt ihn sehr dünn im Glase geblasen, um die Waage nicht unnöthig zu beschweren.

Zur völligen Umgehung eines solchen Mitreissens von Feuchtigkeit lässt sich der Kohlensäureapparat von Fresenius-Will [1]) sowie eine Modification desselben von Mohr anwenden.

Bei ersterem Apparate (Taf. IV. Fig. 98) wird ein bestimmtes Gewicht Pottasche (1—2 Probiercentner) in die Flasche a gethan, Wasser hinzugefügt und der ganze Apparat, in dessen anderer Flasche b sich etwa bis zur Hälfte concentrierte Schwefelsäure befindet, gewogen, während das obere Ende der Röhre c mit einem Wachskügelchen geschlossen ist. Indem man nun durch f Luft aussaugt, tritt Schwefelsäure aus b durch e in a und es wird die Kohlensäure ausgetrieben, welche durch e in b gelangt, beim Durchstreichen durch die Schwefelsäure ihre Feuchtigkeit abgibt und durch f entweicht. Durch Saugen an f treibt man so oft neue Portionen Schwefelsäure in a über, als sich noch Kohlensäure entwickelt. Ist dies nicht mehr der Fall, so nimmt man den Wachspfropf weg und saugt durch f Luft durch den Apparat, um die Kohlensäure daraus zu entfernen und wiegt. Der Verlust ergibt den Gehalt an Kohlensäure, woraus der Gehalt an kohlensaurem Kali berechnet werden kann. Da 3,14 Gramm reines kohlensaures Kali 1,00 Gramm Kohlensäure geben,

[1]) Fresenius und Will, neues Verfahren zur Prüfung der Pottasche, Soda &c. Heidelberg 1843.

cken die Centigramme entwichener Kohlensäure den Pro-
alt an kohlensaurem Kali aus. Für technische Zwecke
es Verfahren hinreichend genau; es erfordert jedoch der
n schwere Apparat eine grosse und empfindliche Waage.

hr [1]) hat dem Apparat eine einfachere Gestalt (Taf. IV.
) gegeben. a. Flasche zur Aufnahme des Probiergutes
n zur Lösung desselben erforderlichem Wasser; b Kugel-
nit Schwefelsäure gefüllt und mit Quetschhahnvorrichtung
) versehen; c Chlorcalciumrohr. Beim Öffnen des Quetsch-
tritt Schwefelsäure in a und die entwickelte Kohlensäure
ht durch c, die mitgerissene Feuchtigkeit ans Chlorcalcium
nd. Nachdem alle Schwefelsäure in a gelangt ist, saugt
n Apparat unter Öffnen des Quetschhahnes durch c aus.

r einfach ist folgender Apparat (Taf. IV. Fig. 100): a
sche mit Pottasche und Wasser; b Glasröhre mit Schwefel-
welche beim Neigen der Flasche a ausfliesst und die
iure entbindet, die durch das Chlorcalciumrohr c ent-
indem die Röhre d mit einem Wachspfropf verschlossen ist.
ollendung der Reaction wird die Kohlensäure durch c
gen.

r genaue Resultate gibt Mohrs Titrierverfahren [2]) mit
e. Man löst 1 Atomgewicht, nämlich 63 Gramm kry-
te Oxalsäure in Wasser von 17,5° C. zu 1 Liter
00 Cubikcentimeter auf, wo alsdann 100 C. C. dieser
ire $\frac{1}{10}$ Atomgewicht eines jeden Alkalis genau sättigen-
gt daher von dem zu prüfenden wasserfreien Alkali $\frac{1}{10}$
vicht in Grammen ab, also von Pottasche 6,92 Gramm,
a 5,32, bringt die Probe mit etwas Lacmustinctur in
ne Kochflasche und lässt aus der Bürette (pag. 87) die
ire zufliessen, bis die Farbe aus Blau in Violett übergeht
Aufbrausen schwächer wird. Man erhitzt nun zum
nd lässt noch mehr Probesäure hinzu, bis die Farbe
nen zwiebelroth geworden ist. Dann fügt man noch
. C. Probesäure im Überschuss zu. Durch Kochen,

---

r, Lehrb. d. Titriermethode. 1855, pag. 125.
r, ibid. pag. 50.

Schütteln und zuletzt Aussaugen mit einer Glasröhre wird die letzte Spur Kohlensäure entfernt. Um zu bestimmen, wie weit der Sättigungspunkt des Alkalis überschritten ist, lässt man aus einer in $^1/_{10}$ C. C. getheilten Tropfröhre eine Lösung von kaustischem Natron zu, welche so titriert ist, dass sie beim Vermischen mit einem gleichen Volumen der Probesäure genau neutralisiert wird. Die rothe Farbe geht dann rasch in Violett und plötzlich in reines Blau über. Man zieht dann die verbrauchten C. C. Natronlauge von den C. C. Probesäure ab; der Rest gibt die Procente von reinem kohlensaurem Alkali.

Gehalt an kohlensauren Erden.

Ob die Pottasche kohlensaure Erdensalze enthält, erfährt man, wenn man von der zu prüfenden Sorte in reinem Wasser auflöst, einen etwaigen Rückstand auf einem Filter sammelt und ganz vollständig auswässert. Braust dieser dann auf, wenn man ihn mit Essigsäure übergiesst, so sind fremde kohlensaure Salze zugegen. In diesem Falle muss die obige zum Versuche abgewogene Pottasche (314·½ Probierpfund) in Wasser aufgelöst werden, den bleibenden Rückstand wässert man dann vollständig aus, dampft Aussüsswasser und Lösung etwas ein und versetzt sie dann erst im Kolben mit Kleesalz &c.

Gehalt an Schwefelkalium.

Schwefelkalium gibt sich in der Pottasche dadurch zu erkennen, dass solche mit verdünnter Schwefelsäure übergossen den Geruch nach Schwefelwasserstoff entwickelt. Ist dieses der Fall, so muss die Pottasche beim Versuche im Kolben mit Wasser übergossen werden, welches etwas neutrales (gelbes) chromsaures Kali aufgelöst enthält, durch welches der Schwefelwasserstoff in nicht flüchtige Producte zersetzt wird.

Gehalt an Ätzkali.

Ätzkali ist nur in Amerikanischen Pottaschensorten gefunden worden. Um es zu entdecken, mengt man 1 Theil Pottasche mit 3 Theilen reinem krystallisiertem Chlorbarium und löst diese zusammen in reinem kochendem Wasser auf, lässt den sich bildenden Niederschlag absetzen und prüft die Lösung mit Reactionspapieren. Wird Curcumäpapier gebräunt oder geröthetes Lacmuspapier gebläut, so war Ätzkali zugegen. Wenn schon früher Schwefelkalium gefunden war, so ist man ohne weitere Prüfung sicher, dass auch Ätzkali vorhanden ist. Ist dieses der Fall, so muss das Ätzkali vor dem Versuche in kohlensaures Kali

gewandelt werden, um den Gehalt der Pottasche nicht zu ge- anzugeben. Man bewirkt dieses dadurch, dass man die ewogene Pottasche mit etwa 3 Theilen reinen Quarzsand und -¼ ihres Gewichts kohlensauren Ammoniak vermengt und Wasser etwas stark anfeuchtet. Dieses kann in einer Schale Porzellan oder blankem Eisenblech geschehen. Das Ätzkali mt aus dem Ammoniaksalze Kohlensäure auf, während man Gemenge etwas stehen lässt; hierauf wird die Schale im enofen oder über der Spirituslampe etwas stark erwärmt, alles Ammoniaksalz vollständig zu verflüchtigen. Ist die Masse ständig trocken geworden, so wird sie jetzt in den Kolben acht und der weitern Prüfung unterworfen. Will man den lt an Ätzkali abgesondert erfahren, so muss man einen Ver- vor der Behandlung mit kohlensaurem Ammoniak und einen ten ohne diese Vorarbeit anstellen; aus der Differenz der ltate lässt sich der Ätzkaligehalt berechnen. Ist neben dem ali zugleich Schwefelkalium vorhanden, so muss man die e mit Ätzammoniak, statt mit Wasser, anfeuchten.

Die übrigen Nebenbestandtheile der Pottasche haben auf das ltat der Probe keinen störenden Einfluss. Etwa vorhande- anderthalbkohlensaures, sowie auch doppelt- lensaures Kali geben bei dem vorgängigen Glühen zur mmung der Wassermenge in neutrales kohlensaures Kali . Kohlensaures Natron wird zwar als kohlensaures mit bestimmt, aber dieses ist ziemlich unwesentlich, da, so der Gehalt an kohlensaurem Kali überwiegend bleibt, die ung der Pottasche dieselbe ist. Entdeckt und bestimmt en kann ein Gehalt von kohlensaurem Natron in der Pott- auf folgende Art [1]): Man sättigt eine gewogene Menge der che mit Essigsäure, dampft die Flüssigkeit zur Trockne und delt den Salzrückstand in der Kälte mit absolutem Alkohol; ssigsaure Kali und Natron werden von demselben ausge- und die anderen fremden Salze bleiben zurück. Nachdem dann die geistige Auflösung wieder besonders abgedampft

Gehalt an kohlensaurem Natron.

[1]) Siehe Dinglers polyt. Journal, Bd. 88, pag. 57 aus Journal de Chemie medicale. (März 1843, S. 141.)

hat, löst man das Gemenge von essigsaurem Natron und essigsaurem Kali wieder in destilliertem Wasser auf und setzt eine Auflösung von antimonsaurem Kali [1]) hinzu. War Natron zugegen, so fällt dieses dadurch als antimonsaures Natron nieder, welches man auswässert und glüht. Da es in 100 Theilen aus 84,39 Antimonsäure und 15,61 Natron besteht, so lässt sich hiernach die Menge des letzteren berechnen. Man kann auf diese Weise noch ½ % Soda nachweisen.

Eine etwas umständlichere Methode einen Sodagehalt in der Pottasche zu bestimmen, hat Pagenstecher [2]) angegeben.

Besondere Beachtung verdient Pessier's Natrometer [3]), ein Aräometer zur Ermittelung des Natrongehaltes in der Pottasche. Die Anwendung desselben beruht darauf, dass ein Gemenge von schwefelsaurem Kali und schwefelsaurem Natron beim Behandeln mit Wasser eine Lösung von grösserem specifischen Gewichte gibt, als reines schwefelsaures Kali, theils weil sich das schwefelsaure Natron in einer gesättigten Lösung von schwefelsaurem Kali löst, theils weil die Löslichkeit des schwefelsauren Kalis durch das Vorhandensein von schwefelsaurem Natron erhöht wird.

Soda.

10. Soda, $\dot{Na}\ddot{C} = 58{,}58\ \dot{Na}$ und $41{,}42\ \ddot{C}$. Sie muss gereinigt und wasserfrei sein. Letzteres erreicht man durch eine Calcination; verwendet man krystallisierte Soda, so muss die Calcination in sehr gelinder Wärme (nicht in der Hitze) beginnen, bis der grösste Theil des Wassergehalts erst abgeschieden ist. Sie kann auf gleiche Art, wie die Pottasche, auf ihren Gehalt an kohlensaurem Natron geprüft werden (pag. 97). Nur wiegt man 242 Probierpfund calcinierte Soda zu einer Probe ein, damit jedes Pfund der entwichenen Kohlensäure einem Procente

[1]) Das antimonsaure Kali erhält man beim Verpuffen von 1 Theil Antimon mit 6 Theilen Salpeter, Auslaugen der Masse mit kaltem Wasser und Behandeln mit Wasser in der Siedhitze. Dabei löst sich neutrales antimonsaures Kali auf und ein saures Salz bleibt zurück. Die Auflösung des ersteren wird durch Filtration vom Rückstande getrennt.

[2]) Erdmann, J. f. pr. Ch., XLII. 137.

[3]) Dingler, polyt. Journ., CXXIII. 135.

kohlensauren Natrons entspricht. Wiegt man 2,41 Gramm Soda ein, so entsprechen die Cubikcentimeter entwichener Kohlensäure den Procenten an kohlensaurem Natron.

Bei Anwendung eines Titrierverfahrens wendet man eine Probeschwefelsäure an, von welcher 100 C. C. Masstheile genau 5 Gramm kohlensaures Natron sättigen. Es geben dann die verbrauchten Raumtheile unmittelbar den Gehalt an kohlensaurem Natron an.

Soll Oxalsäure als Probesäure dienen, so wiegt man 5,32 Gramm Soda ab (pag. 99).

Die käufliche Soda ist ausserdem nicht selten durch etwas unterschwefligsaures und schwefligsaures Natron verunreinigt, welche man daran erkennt, dass die Auflösung einer solchen Soda eine mit wenig chromsaurem Kali gefärbte Schwefelsäure grün färbt.

Enthält die Soda kaustisches Natron, daran erkennbar, dass ihre Lösung nach Zusatz von überschüssigem Chlorbarium alkalisch reagiert, so verfährt man behuf Prüfung derselben auf folgende Weise: 2,41 Gramm der wasserfreien Soda werden mit etwa 3 Theilen reinem Quarzsand und etwa $\frac{1}{3}$ gepulvertem kohlensaurem Ammoniak zusammengerieben, mit Wasser befeuchtet und nach einiger Zeit zur Austreibung allen Wassers und Ammoniaks gelinde erhitzt. Nach dem Erkalten bringt man die Masse in den Kohlensäureapparat.

Um einen Gehalt von Schwefelnatrium oder unterschwefligsaurem Natron in der Soda bei der Probe unschädlich zu machen, mischt manzuvor etwas chromsaures Kali in Auflösung hinzu, wodurch jene Beimengungen zerstört werden.

Die Soda kann in einzelnen Fällen die Pottasche bei den dokimastischen Proben vertreten. Im Allgemeinen steht die Soda der Pottasche jedoch als flussbeförderndes und besonders als Entschwefelungsmittel nach; so kann sie z. B. bei den Bleiproben die Pottasche als Entschwefelungsmittel nur unvollständig ersetzen.

Malaguti und Durocher ziehen das durch Calcination aus doppeltkohlensaurem Natron erhaltene kohlensaure Natron wegen geringeren Silbergehaltes der calcinierten Soda vor. Die

französischen Dokimasten bedienen sich meist der billigen S die deutschen mehr der Pottasche.

Soda-Analysen nach Muspratt und Danson [1]) [I., II., und Unger [2]) [IV.]:

	I.	II.	III.		I
Kohlensaures Natron . . .	77,08	78,55	28,89	. . . . .	8
Schwefelsaures Natron .	5,11	1,70	0,82	Natron . . .	
Kieselsaures Natron . .	2,40	0,25	—	Thonerde . .	1
Natronhydrat	4,88	4,15	8,27		
Schwefelnatrium . . .	0,63	—	0,40		
Chlornatrium	7,13	5,62	3,07	. . . . .	1
Kohlensaures Kali . . .	0,20	—	—		
Kohlensaurer Kalk . . .	0,32	0,33	14,22	Kalk	1
Kalkhydrat	—	—	9,24	Magnesia . .	
Schwefelcalcium	0,20	—	25,86	. . . . .	4
Kiesels. Magnesia . . .	—	—	2,03	Kieselerde . .	
Eisenoxyd	0,32	0,27	—	Schwefeleisen .	
Phosphorsaure Erden mit Eisenoxyd und Thonerde .	—	—	6,23	Braunkohle . .	
Wasser	1,06	8,65	0,99		
Kohle, Sand	0,66	0,48	—		
	99,99	100,00	100,02		

I. Calcinierte Soda für Seifensieder. II. Desgl. für Spiegelfabrik. III. Rohe Soda. IV. Rohe Soda.

Nach Fresenius und Will enthielt Niederländische 83,5 kohlensaures Natron; Casseler Soda 89,7 kohlensaures N und 3,05 Ätznatron; Englische Soda 81,5 kohlensaures N und 2,76 Ätznatron.

chwarzer, isser und her Fluss.

11. Schwarzer Fluss, weisser Fluss, roher Fl Diese Flussmittel gehören zu den ältesten, welche die Prob anwandten. Weissen Fluss erhält man, wenn gleiche T Weinstein und Salpeter, schwarzen Fluss, wenn 1 Thei peter mit 2—3 oder mehr Theilen verpufft werden. Gew lich nimmt man 1 Theil Salpeter und $2^1/_2$ Theile Wein Die feingestossenen und genauen Gemenge zu beiden Flü nennt man, ehe sie verpufft worden, rohen Fluss.

[1]) Liebigs Jahresber. CXXIII. 135.
[2]) Erdmann, J. f. pr. Ch. LVII.

Nachdem Salpeter und Weinstein für sich fein gepulvert und gesiebt sind, werden sie genau zusammengerieben und das Verpuffen auf die Art ausgeführt, dass man das Gemenge nach und nach in einen vorher bis zu schwacher Rothgluth erhitzten Thontigel trägt, welcher nach jedem Nachtragen leicht zugedeckt wird. Man kann auch, doch weniger gut, schon die Verpuffung einleiten, wenn man den rohen Fluss in einem bis etwa zu $^2/_3$ damit angefüllten Tiegel mit einer glühenden Kohle oder einem solchen Eisen berührt. Das Verpuffen kann nur im Freien oder unter einer sehr gut ziehenden Esse vorgenommen werden, da die Weinsteinsäure mehrere verschiedene empyreumatische flüchtige Körper bei ihrer Zersetzung in Menge entwickelt.

Beim weissen Flusse reicht der Salpeter vollständig aus, um alle bei der Verkohlung des Weinsteins sich bildende Kohle zu verbrennen und es ist deshalb das Product nach dem Verpuffen kohlensaures Kali und zwar fast ganz reines, wenn gereinigter Weinstein und reiner Salpeter angewendet wurden. Bei ungereinigtem Weinstein und Salpeter enthält das entstehende neutrale kohlensaure Kali mehrere, bis etwa 10 Procente kohlensaure Kalkerde aus dem Weinstein und alle Nebenbestandtheile des Salpeters. Nur wenn das Verpuffen in sehr hoher Temperatur vorgenommen wurde, hat man wohl Cyankalium im weissen Flusse wahrgenommen. Dieser Bestandtheil ist keineswegs schädlich, sondern er vermehrt die zersetzende und reducierende Wirkung. Im Übrigen wirkt der weisse Fluss der Pottasche völlig gleich und wird solche daher fast ganz allgemein dem weit theurern weissen Flusse vorgezogen.

Beim schwarzen Fluss erreicht die Salpetermenge nicht zur Verbrennung aller Kohle aus dem Weinsteine hin; es bleiben daher, je nachdem man 2, $2^1/_2$ oder 3 Theile Weinstein genommen hat, etwa 5, 8 bis 12 Procente Kohle nach dem Verpuffen im schwarzen Flusse zurück, welche mit dem entstandenen neutralen kohlensauren Kali auf die innigste Weise vermengt sind, inniger als durch ein mechanisches Ineinanderarbeiten zu erreichen möglich wäre. Die Kohle hindert bei der Anwendung des

Flusses das Flüssigwerden der Probe nicht und soll sie die Reduction der Metalloxyde bewirken oder befördern.

Schmelzung und Reduction, mitunter auch Entschwefelung sind da Zweck, wo man schwarzen Fluss anwendet, und je nach der speciellen Beschaffenheit der Proben kann entweder ein grösseres oder geringeres Verhältnis der Kohle zum kohlensauren Kali vortheilhafter sein, wonach es sich dann richtet, ob man 2, 2½, 3 oder mehr Theile Weinstein auf 1 Theil Salpeter anzuwenden hat. Als allgemeine Regel kann man angeben: je strengflüssiger die Probe, desto mehr Kali; je mehr zu reducierendes Metalloxyd, desto mehr Kohle und zwar um so mehr davon, je mehr Sauerstoff das Oxyd enthält.

In vielen Fällen reicht man statt des schwarzen Flusses mit einer Mengung von Pottasche und Holzkohlenstaub in einem passlichen Verhältnis zu einander recht gut aus, besonders wenn die Mengung vor der Anwendung durch ein Sieb geschlagen oder sonst sehr innig gemacht wird. Statt des Kohlenstaubes kann man auch wohl eine entsprechende, etwa 2—4fach grössere Menge Mehl mit der Pottasche versetzen, welches sich aus den oben angegeben Eigenschaften des Stärkemehls (p. 93) erklärt.

emenge von ottasche und Mehl statt schwarzen Flusses.

Ein Gemenge von 100 Theilen gereinigter Pottasche und 10—15 Theilen Waizen- oder Roggenmehl zieht man in dem Falle dem schwarzen Flusse vor, wenn der Weinstein Gyps oder der Salpeter schwefelsaure Salze enthält, welche in manchen Fällen auf die Probe nachtheilig einwirken können. So bildet sich bei Gegenwart eines reducierend wirkenden Zuschlages leicht Schwefelnatrium, welches z. B. bei Kupferproben zur Verschlackung von Kupfer Veranlassung gibt.

Als ganz allgemeine Regel für die Anwendung des schwarzen Flusses und der ihm ähnlich oder gleich wirkenden Gemenge hat man zu beobachten, dass die Probiergefässe nie mehr als zu ⅔ angefüllt werden dürfen, da stets das Schmelzgut sich aufblähet, d. h. gasförmige Körper entwickelt, wenn Kohle zugegen ist.

Schwarzer und weisser Fluss ziehen noch um etwas leichter Feuchtigkeit an, als Pottasche. Sie müssen daher noch sorgfältiger als diese, z. B. in einer verkorkten Glasflasche, aufbewahrt

den, oder noch besser und auch allgemein in Anwendung
s, nur die Gemenge zu denselben, den rohen Fluss, in Vor-
aufzubewahren und erst zum jedesmaligen Gebrauche den
rf zu verpuffen. Nach dem Verpuffen muss der fertige
erst nochmals zerrieben und durch ein Drathsieb gesiebt
len.

Gewöhnlich genügt es, zu diesen Flussmitteln guten rohen
stein zu nehmen. Dagegen wird der Salpeter nur so rein
ndet, dass er mindestens 90 und einige Procente reines
ersaures Kali enthält.

2. Kalisalpeter, $\dot{K}\dddot{N} = 46{,}56\ \dot{K}$ und $53{,}44\ \dddot{N}$. Sein Kalisalpeter.
uch für die dokimastischen Proben, ausser zu schwarzem
ist sehr eingeschränkt; ist er unrein, so ist es leicht, ihn
Umkrystallieren so weit zu reinigen, dass er nur 2—3 %
rtige Theile (namentlich Kochsalz) zurückhält.

e zur Zeit in der Technik angewandten Salpeterproben [1]), Prüfung des Salpeters auf den Gehalt an salpeters. Kali.
die Bestimmung des Gehaltes an reinem salpetersauren
ezwecken, lassen in Betreff ihrer Genauigkeit viel zu
en übrig. Dieses hat seinen Grund in den chemischen
haften der Salpetersäure, des Kalis und des Natrons,
im Salpeter gewöhnlich zusammen vorkommend, durch
tien nur unvollständig ausgeschieden werden können,
mentlich von Natron und der Salpetersäure gilt.
ie Prüfung des Salpeters auf seinen wirklichen Gehalt an
saurem Kali hat, ausser für seine Anwendung als Pro-
erial, mitunter noch ein anderweitiges Interesse, so z. B.
n Bergmann behuf der Bereitung des Grubenpulvers, für
senhüttenmann behuf Anfertigung der Emaillen &c. Von
r Prüfung des Salpeters vorgeschlagenen Methoden ist
die von Huss angegebene und in fast alle Lehrbücher Huss' Probe.
hnischen Chemie übergegangene am einfachsten. Sie
darauf, dass für ein und dieselbe Menge Wasser der

---

er Salpeterproben siehe: Werther in Erdmanns Journ. f. pr.
emie LII 298; Polyt. Centr. 1851. 18. Lief. pag. 1125 —
gsky im Jahrb. der k. k. geolog. Reichsanstalt 1851. Nr. 2,
. 186. — Werther, die unorg. Chemie, 2. Abthl. 1852, pag. 18.

Sättigungsgrad desselben mit Salpeter von der Temperatur abhängt und deshalb eine Auflösung von unreinem Salpeter in heissem Wasser beim Erkalten um so eher krystallisiert, je weniger sie mit fremden Salzen verunreinigt ist. Diesen Sättigungsgrad hat Huss für eine bestimmte Wassermenge von 8—20¼° R. von ¼ zu ¼° ermittelt und das Resultat davon in eine Tabelle zusammengestellt, aus welcher man dann den Procentgehalt eines untersuchten Rohsalpeters an reinem Salpeter auf nachstehende Weise erfährt. Man löst 40 Theile des getrockneten Salpeters in 100 Theilen reinem, vorher auf 45° R. erwärmten Wasser in einem, zur möglichsten Verhütung der Wasserverdunstung mit einer Glasplatte bedeckten Becherglase auf. Die Glasplatte hat ein Loch, durch welches demnächst das Thermometer eingebracht werden kann. Das Abwägen der Substanzen geschieht auf der Waage Fig. 7 Taf. I. Man giesst das heisse Wasser in das tarierte Becherglas und thut, nachdem die Wassermenge abgewogen, den vorher gewogenen Salpeter unter stetem Umrühren bis zur Auflösung hinzu. Haben sich hierbei unlösliche Stoffe, zum Theil organischen Ursprungs beim rohen Salpeter, abgesetzt, so muss die Lösung durch Filtration geklärt werden. Jetzt bringt man in die Auflösung ein sehr empfindliches, in ¼ Grade eingetheiltes Thermometer; man muss dieselbe beständig umrühren, damit sich ihre Temperatur nicht auf der Oberfläche und an den Gefässwänden tiefer als in der Mitte erniedrigt, weshalb man auch das Becherglas auf eine dicke Papierunterlage auf Holz stellt. Man beobachtet den Augenblick, in welchem der Salpeter zu krystallisieren anfängt, und bemerkt zugleich am Thermometer die Temperatur, welche die Salzlösung in diesem Moment hat. In der nachfolgenden, von Huss entworfenen Tabelle lässt sich dann der Salpetergehalt in der der Prüfung unterworfenen Salpetermenge erkennen. Sollte eine Probe bei + 8° R. nicht krystallisieren wollen, so ist der Salpeter sehr unrein. Man untersucht ihn dann, indem man denselben mit gleichen Theilen ganz reinen Salpeters mengt und aufs Neue derselben Prüfung unterwirft, von deren Resultaten man den zugesetzten Salpeter in Abzug bringt. Für die Ausübung dieser Proben ist zu bemerken, dass der Salpeter

sehr fein aufgerieben sein muss, damit er sich schnell in der abgewogenen Wassermenge auflöse. Man darf ferner nicht zu kleine Quantitäten zu einer Probe abwiegen. $2\frac{1}{2}$ Loth. Civilgewicht Salpeter und $6\frac{1}{4}$ Loth Wasser oder 5 Loth Salpeter und $12\frac{1}{2}$ Loth Wasser sind passliche Quantitäten. Während des Auflösens und Filtrierens muss man eine Wasserverdampfung vermeiden, daher das Wasser nicht zu hoch (über 50—55°) zu erwärmen ist, weil sonst der Gehalt unrichtig zu hoch ausfällt, welches auch der Fall ist, wenn man während des Abkühlens nicht gut umrührt. Am geeignetsten sind mit Alkohol gefüllte Thermometer, weil sich in den betreffenden Temperaturgraden Alkohol 8mal mehr ausdehnt, als Quecksilber, mit ersterem gefüllte Thermometer also ein genaueres Ablesen möglich machen. Die nachfolgende Tabelle hat den Fehler, dass bei ihrer Entwerfung übersehen wurde, dass Wasser, welches bereits Kochsalz aufgelöst enthält, mehr Salpeter auflöst als ganz reines; sie gibt daher bei unreinerm, stark mit Kochsalz verunreinigtem Salpeter zu wenig an letzterem an [1]). Nach Longchamp nehmen 100 Gr. einer bei + 18° C. gesättigten Salpeterlösung bei Zusatz von 10 Gr. Chlornatrium noch 0,744 Gr., bei Zusatz von ferneren 10 Gr. Chlornatrium noch 1,267 Gr. und (als Höchstes) bei Zusatz von 26,85 Gr. Chlornatrium noch 3,22 Gr. Salpeter auf. Dieser Fehler gleicht sich aber für die Praxis dadurch aus, dass man beim Reinigen und Umkrystallisieren aus solchen unreinen Sorten auch nicht mehr Salpeter gewinnt, als die Probe angibt, indem eine dem beigemengten Chlornatrium entsprechende Salpetermenge grösstentheils verloren geht.

Bei einem Gehalte an Natronsalpeter erfolgt die Krystallisation früher, so dass der Gehalt an Kalisalpeter zu hoch gefunden wird. Nach Ragsky beginnt ein Gemenge von 95 % Kalisalpeter und 5 % Natronsalpeter bei 20° R. zu krystallisieren, was nach der Tabelle 98,8 % Kalisalpeter entspricht.

---

[1]) Vergleiche noch Karsten: Über das merkwürdige Verhalten, welches die Salze bei ihrer gemeinschaftlichen Auflösung im Wasser befolgen. Berlin 1841.

Wenn eine Auflösung des gewöhnlichen Salpeters bei nachstehenden Graden nach dem 80theil. Thermomet. zu krystallisieren anfängt:	so sind in 100 Theilen des untersuchten Salpeters an reinem salpetersauren Kali nachstehende Gewichtstheile enthalten:	Fortsetzung. Grade nach Réaumur	Salpeter-Procente
Réaumur + 8	55,7	+ 14¼	75
8¼	56,3	14½	75,9
8½	57	14¾	76,8
8¾	57,7	15	77,7
9	58,4	15¼	78,6
9¼	59,1	15½	79,6
9½	59,8	15¾	80,5
9¾	60,5	16	81,5
10	61,3	16¼	82,4
10¼	62	16½	83,4
10½	62,8	16¾	84,4
10¾	63,5	17	85,4
11	64,3	17¼	86,4
11¼	65	17½	87,4
11½	65,8	17¾	88,4
11¾	66,6	18	89,5
12	67,4	18¼	90,6
12¼	68,2	18½	91,7
12½	69	18¾	92,9
12¾	69,8	19	94
13	70,7	19¼	95,2
13¼	71,5	19½	96,4
13½	72,4	19¾	97,6
13¾	73,2	20	98,8
14	74,1	20¼	100

Lussacs robe

b. Eine andere von Gay-Lussac herrührende Metho der Salpeteruntersuchung besteht darin, das salpetersaure K in kohlensaures Kali zu verwandeln und dessen Menge, wie b der Pottaschenprobe, durch titrierte Schwefelsäure zu bestimme 2,369 Gr. Salpeter werden mit 1 Gr. geglühtem Kienruss un zur Mässigung der Verbrennung, mit 12 Gr. geglühtem und fe zerriebenem Kochsalz innig gemengt und in einem Platintieg über der Spirituslempe bis zum Glühen erhitzt. Nach dem E kalten zieht man die geglühte Masse mit Wasser aus und verse die Lösung mit titrierter Schwefelsäure oder Oxalsäure. Erste ist durch Vermischen von 70 Gr. Engl. Schwefelsäure mit 600 G Wasser dargestellt, welcher Mischung nachher noch so vi Wasser zugesetzt wird, dass gerade 100 Masstheile 6,487 G Pottasche sättigen, wo dann die verbrauchten Raumtheile u mittelbar den Procentgehalt an kohlensaurem Kali angeben. — Die

robe ist hinreichend genau und führt bei vorhandener Probe-
ure schnell und sicher zum Ziel.

Zuweilen hat man einen Rohsalpeter noch auf den Gehalt an
chstehenden Beimengungen zu prüfen:

Prüfung auf Verunreinigungen.

a. Wasser. Von dem lufttrocknen, fein geriebenen
lpeter werden 20 Gramm (circa 547 Probierpfd.) ½ Stunde
ng in einem Porzellantiegel bei 120° C. erhitzt und der Ge-
ichtsverlust als Wasser berechnet.

b. Mechanische Beimengungen. Die bei der vori-
en Probe erhaltene trockene Substanz wird in heissem Wasser
elöst, auf ein im Wasserbade getrocknetes Filter gebracht, der
ückstand mit heissem Wasser vollständig ausgewaschen und
erselbe nebst Filter bei 120° C. getrocknet und gewogen. Nach
bzug des Filtergewichts ergibt sich das, gewöhnlich 2—5 %
etragende, Gewicht des Rückstandes (Thon, Sand, Kalk, Eisen-
xyd &c.).

c. Kalk- und Talkerde. Aus dem vorigen Filtrat wer-
den in der Siedhitze durch kohlensaures Natron Kalkerde und
Magnesia als kohlensaure Salze ausgeschieden, diese in Salzsäure
gelöst, die Lösung mit Ammoniak neutralisiert und durch Klee-
säure die Kalkerde ausgeschieden. Man filtriert und fällt aus
dem Filtrat die Magnesia durch phosphorsaures Natron in be-
kannter Weise. Bei ostindischem, schon einmal krystallisiertem
Rohsalpeter schwankte der Gehalt an Kalkerde zwischen 0,218
und 0,265 %, der Magnesiagehalt zwischen 0,263—0,28 %.

d. Chlor. Man löst 2—3 Gramm (55—82 Probierpfd.) Rohsal-
peter in etwa 30 Gramm reinem warmem Wasser in einem Glase
mit eingeriebenem Stöpsel auf und bestimmt den Chlorgehalt mittelst
einer titrierten Lösung von salpetersaurem Silber. Diese wird
dadurch bereitet, dass man 4,793 Gramm salpetersaures Silber-
oxyd in 1000 Volumtheilen der Bürette (Taf. IV. Fig. 95) Wasser
löst; jeder Theilstrich der Bürette entspricht dann 0,001 Gramm
Chlor. Man versetzt die mit Salpetersäure stark angesäuerte
und erwärmte Lösung des Rohsalpeters allmählig mit der Silber-
solution, schüttelt nach jedem Zusatze stark und lässt ihm ein
wenig Ruhe. Die durch die Probe ermittelte Menge Chlor wird
auf ⅔ Chlorkalium und ⅓ Chlornatrium berechnet, so dass

1 Theil Chlor = 1,927 Theilen Chlormetallen entspricht, wovon 1,285 Chlorkalium und 0,642 Chlornatrium sind. Erfahrungsmässig sind nämlich im ostindischen Rohsalpeter Chlornatrium und Chlorkalium in dem angegebenen Verhältnis vorhanden.

e. Schwefelsäure. Nachdem die vorige Lösung vom gefällten Chlorsilber abfiltriert, oder besser 6—8 Gramm Rohsalpeter wie vorher in Auflösung gebracht worden, fällt man die Schwefelsäure mittelst einer titrierten Barytlösung aus der schwach mit Salzsäure angesäuerten, stark verdünnten und kochend heissen Salpeterlösung aus. Wendet man eine Lösung von 3,26 Gramm salpetersaurem Baryt in 2000 Volumtheilen (der Bürette) Wasser an, so entspricht jeder Theilstrich 0,0005 Gramm Schwefelsäure. Nach dem jedesmaligen Fällen muss geschüttelt werden. Der Gehalt an Schwefelsäure schwankte im ostindischen Rohsalpeter zwischen 0,055—0,11 %.

f. Salpetersaures Natron. Die Quantität dieses Salzes nur einigermassen genau nachzuweisen, hat grosse Schwierigkeiten, was ein um so grösserer Übelstand ist, als jetzt bisweilen Rohsalpeter absichtlich mit Natronsalpeter gemischt oder aus letzterem und Pottasche dargestellt wird, und daher mit mehr oder weniger Natronsalpeter verunreinigt ist. Zur Ermittelung desselben sind folgende Methoden angegeben:

α. In der Spandauer [1]) Pulvermühle macht man Gemenge vom reinsten Kalisalpeter mit verschiedenen Mengen Natronsalpeter, setzt diese mit der Probe Rohsalpeter über ein unter einer Glasglocke befindliches Gefäss mit Wasser und versucht nach einiger Zeit, mit welcher von den Normalproben die untersuchte Probe im Gewicht übereinstimmt.

Die Probe gibt nur dann vergleichbare Resultate, wenn keine anderen Wasser anziehenden Salze (Chlormagnesium, Chlorcalcium) vorhanden sind.

β Longchamps Methode beruht auf der Zersetzung des Natronsalpeters durch Chlorkalium in Chlornatrium und salpetersaures Kali. Man versetzt den Salpeter mit Chlorkalium und siedet die Lösung zu wiederholten Malen ein, wobei sich zuerst

[1]) Archiv. f. d. Offiz. d. Preuss. Artill.- u. Ingen.-Corps. Bd. II. p. 22.

Kochsalz und dann Salpeter abscheidet, welcher gewaschen, bei 150° C. getrocknet und gewogen wird. Eine ähnliche Methode empfiehlt Werther [1]).

γ. Nach Ragsky ertheilt ein Natrongehalt einer mit Weingeist übergossenen und angezündeten Salpeterprobe eine gelbe Färbung. Wenn keine Erdensalze vorhanden oder dieselben ausgefällt sind, so gibt eine Auflösung von antimonsaurem Kali (pag. 102) in der Salpetersolution, besonders beim Erwärmen, einen Niederschlag, oft erst nach einiger Zeit.

Sicherer erkennt man das Natron, wenn man die Salpeterprobe mit gesättigter Auflösung von reinem Kalisalpeter auswäscht. Die gesättigte Flüssigkeit besitzt verhältnismässig einen grösseren Gehalt an salpetersaurem Natron, als wenn man die Probe in Wasser gelöst hätte. Lässt man von dieser Flüssigkeit auf einem Uhrglase eine kleine Quantität krystallisieren, so erkennt man den Natronsalpeter mittelst des Mikroscopes oder einer guten Loupe an der rhomboedrischen Form, während der Kalisalpeter Prismen und das Chlornatrium und Chlorkalium Würfel mit Treppen bilden.

Natronsalpeter (Chili- oder kubischer Salpeter), $\dot{Na}\ \dddot{N} = 36{,}60\ NaO + 63{,}40\ NO^5$ kann zuweilen statt des Kalisalpeters verwandt werden, z. B. bei Glühungen, bei Darstellung von Königswasser aus einem Gemenge von Natronsalpeter, Kochsalz und Schwefelsäure &c.

Schiesspulveruntersuchung.

Schiesspul

a. Der Wassergehalt wird durch Trocknen von 1 Probiercentner Pulver im Luftbade bei 100° C. oder im Wasserbade gefunden. Zwei Wägungen müssen übereinstimmen.

b. Zur Bestimmung des Salpeters wird 1 Probiercentner Pulver in einer Porzellanschale mit Wasser befeuchtet, zerrieben, mit Wasser auf ein Filter gebracht und mit heissem Wasser vollständig ausgelaugt. Das Filtrat wird in einer kleinen tarierten Porzellanschale unter öfterem Nachgiessen zur Trockne verdunstet, die trockene Masse einige Zeit bis zu 200° C. oder eben bis zum Schmelzen erhitzt und als Salpeter verwogen.

c. Um die Menge des Schwefels zu bestimmen, erhitzt

[1]) Werther, die unorgan. Chemie. 2. Abthl. 1852, p. 23.

man ein inniges Gemenge von 1 Probiercentner Pulver mit 1 Ctnr. Soda, 1 Ctnr. Salpeter und 5 Ctnr. verknistertem Kochsalz (zur Ermässigung der Pulverbrennung) in einem Platintiegel oder einem Thontiegel bis zum Glühen. Die schwefelsaure Salze enthaltende Masse wird nach dem Erkalten im Platintiegel in Wasser gelöst, mit Salpetersäure schwach übersättigt und durch Chlorbarium gefällt. Bei Anwendung eines Thontiegels muss die Masse zur Abscheidung der aufgelösten Kieselerde zuvor mit Salzsäure zur Trockne verdampft und wieder aufgelöst werden. Man erwärmt die Flüssigkeit, lässt sich den schwefelsauren Baryt absetzen, giesst die klare Flüssigkeit aufs Filter, rührt den Niederschlag mit heissem Wasser auf, lässt wieder setzen und wiederholt die Operation einige Male, ehe man den Niederschlag selbst abfiltriert. Man verhütet dadurch, dass derselbe nicht theilweise durchs Filter geht.

Nach dem völligen Auswaschen wird der schwefelsaure Baryt auf dem Filter getrocknet, von letzterem abgelöst und, nachdem das Filter verbrannt worden, geglüht und gewogen. 100 Theile schwefelsaurer Baryt enthalten 13,71 Schwefel.

d. Der Kohlegehalt ergibt sich aus der Differenz. Die Beschaffenheit der Kohle lässt sich erkennen, wenn man durch Kochen des bei b. erhaltenen Rückstandes mit einer Lösung von Einfach-Schwefelkalium (ohne freies Kali) den Schwefel auszieht und die zurückbleibende Kohle vollständig auswäscht und trocknet.

Aus dem Gehalte an Salpeter lässt sich meist schon ein Schluss auf die Beschaffenheit des Pulvers machen, weshalb man sich zur raschen Ermittelung des Salpetergehaltes eines Aräometers bedienen kann, welches Procente an Salpeter anzeigt, wenn eine gewisse Menge Pulver mit einer gewissen Menge Wasser ausgelaugt wird. Die in Österreich von Becker eingeführten Aräometer sind für 400 Gran Pulver, 1 Pfd. Wasser und für die Temperatur von 14° R. oder 17,4° C. eingerichtet. Man erhält bis auf ½ Procent genaue Resultate.

Zur Beurtheilung der Kraft des Pulvers sind noch dessen äussere Eigenschaften, Dichtigkeit, Grösse und Form der Körner mit in Rücksicht zu ziehen.

13. Kochsalz, NaCl = 39,66 Na und 60,34 Cl. Ausser zu den Silberproben auf nassem Wege dient es vorzugsweise bei Tiegelschmelzungen und wirkt hier theils den Fluss befördernd, theils auf eine eigenthümliche Art als Decke für ein Schmelzgut. Die Kochsalzdecke schmilzt gewöhnlich leichter (schon bei gewöhnlicher Rothgluth), als das Schmelzgut (die Beschickung) selbst, und hierdurch hindert oder erschwert sie, besonders im Anfange, den Luftzutritt zu den Proben. Ausserdem erschwert die Kochsalzdecke ein Aufblähen des Schmelzgutes und reinigt nicht allein die aus der Probe aufsteigenden Gase von etwa mit aufgerissenen mechanischen Theilchen, sondern sie wäscht auch, wenn ein Aufblähen stattgefunden hat, die Tiegelwände beim Niedersinken wieder ab, so dass an ihnen keine Theile des Schmelzgutes, besonders keine kleinen vereinzelten ausgeschiedenen Metallkügelchen, hängen bleiben können. Kochsal

Das gewöhnliche Küchensalz ist im Allgemeinen für den Probierer genügend rein, obgleich es noch etwas durch schwefelsaure Salze, besonders aber durch Chlorcalcium und Chlormagnesium verunreinigt sein kann, welche letztern beiden Beimengungen das Feuchtwerden des Kochsalzes an der Luft durch Wasseranziehung hervorrufen. Selten pflegt auch ein geringer Eisengehalt zu fehlen. Theils um diese angezogene Feuchtigkeit zu entfernen, besonders aber, um ein Decrepitieren des Kochsalzes im Probentiegel selbst zu vermeiden, weil hierdurch mechanische Verluste durch ein Herausschleudern entstehen können, muss alles bei Schmelzungen anzuwendende Kochsalz zuvor einer dunkeln Rothgluth in einem Kasten von Eisenblech, etwa in der Form eines Kaffeebrenners, ausgesetzt werden, bis alles Verknistern (Verkrachen) aufgehört hat. Hierbei wird das Chlormagnesium zerstört und abgeknistertes Kochsalz pflegt keine Feuchtigkeit wieder anzuziehen.

Da sich Kochsalz bei Weissgluth, besonders im Luftzuge, leicht verflüchtigt [1]), so kann man aus dem Gewichte der bei Anwendung desselben erhaltenen Schlacke keine richtigen

[1]) Erdmann, J. f. pr. Chemie. II. 158.

Schlüsse ziehen; dieses gilt aus gleichem Grunde für mehre Flussmittel.

Ist ein Gehalt des Kochsalzes an schwefelsauren Salze nachtheilig, z. B. bei Verwendung desselben zu Kupferprobe so bedarf dasselbe einer Reinigung. Man versetzt die Lösun des Salzes in Wasser so lange mit einer Auflösung von Chlo barium, als in einer abfiltrierten Probe durch dieses Reage noch ein weisser Niederschlag von schwefelsaurem Baryt en steht; sobald dieses nicht mehr der Fall ist, wird der gebilde Niederschlag nach einiger Zeit abfiltriert und das Filtrat in ein Porzellanschale zur Trockne gedampft, wobei man die sich obe flächlich bildenden Kochsalzkrusten öfters zerstört. Ein gering Gehalt des Salzes an Chlorbarium schadet beim Schmelzen v Proben nicht.

Plattner [1]) hat den Einfluss des Kochsalzes auf eini Oxyde und schwefelsaure Salze nachgewiesen. Freies Bleiox und Zinkoxyd werden davon nicht verändert. Schwefelsau Bleioxyd schmilzt damit bei Dunkelrothgluth zu einer kla Flüssigkeit und gibt Dämpfe von Chlorblei, welche sich bei nehmender Hitze vermehren und um so bedeutender sind, stärker der Luftzug ist. Schwefelsaures Zinkoxyd verhält s wie schwefelsaures Bleioxyd. Antimonoxyd und Antimonsäure Chlornatrium zur schwachen Rothgluth erhitzt, geben Dämpfe Chlorantimon in nicht bedeutender Menge. Schwefelsa Kupferoxyd schmilzt bei Dunkelrothgluth zu einer undurchsi gen Masse von Kupferchlorid und schwefelsaurem Natron, erst wird bei Zutritt von Luft dampfförmig, jedoch schon bei schwa Rothglühhitze unter Entwickelung von Chlor in Kupferchl umgeändert, welches etwas weniger flüchtig ist.

Borax. 14. Borax, $\dot{Na}\,\dddot{B}^2 + 10\,\dot{H} = 16{,}37\,\dot{Na}$, $36{,}53\,\dddot{Bo}$, $47{,}10\,\dot{H}$; $\dot{Na}\,\dddot{Bo}^2 + 5\,\dot{H} = 21{,}41\,\dot{Na}$, $47{,}79\,\dddot{Bo}$ und $30{,}80\,H$. Ders enthält neben borsaurem Natron freie Borsäure und ist desl geneigt, sowohl Basen als Säuren aufzulösen, also damit basi und saure Doppelsalze zu bilden, welche alle bis zu einem wissen Grade flüssig sind. Derselbe dient deshalb theils

[1]) B. u H. Ztg. 1854. p. 126.

ls auch in Gemeinschaft mit Pottasche oder Soda als smittel für die in Erzen und Hüttenproducten ent- Erden und schwer reducierbaren Metalloxyde, sowie ung verschiedener Arsenmetalle von einander. Er ist wie Kochsalz, in der Weissgluth etwas flüchtig. Sein ist für sehr viele Proben erforderlich. Für die ge- n Zwecke genügt er von der Reinheit, wie er im Han- ert wird, nur muss er vor der Anwendung von seinem halte befreit, calciniert, werden. Er kömmt mit 10 und men Krystallwasser verbunden vor; die erstere Sorte langsam an der Luft, überzieht sich mit einer weissen chtigen und mehlartigen Kruste und enthält 47,1 Pro- tallwasser; die zweite Sorte krystallisiert in Octaedern, nicht und enthält nur 30 Procent Krystallwasser. rhalten ist für die dokimastischen Proben selbst gleich- er für den Ankauf wichtig. Beim Calcinieren blähet Borax durch das entweichende Wasser sehr stark auf le, ungebrannt benutzt, bei den Proben deshalb leicht he Verluste herbeiführen. Wird Borax bei mässiger gebrannt, so bildet er eine poröse, leicht zerreibliche brannten oder calcinierten Borax. Bei noch etwas nd anhaltenderer Hitze verliert er die letzten Wasser- l schmilzt zu einem wasserklaren Glase, dem Borax- sammen. Man wendet den Borax sowohl gebrannt als zen an. Letzteres ist vorzuziehen. Beim Schmelzen r Borax nicht verunreinigt werden, wenn man hierzu n Silber oder Platin anwendete, doch schadet für die schen Zwecke die geringe Verunreinigung durch einen l nicht, besonders wenn man in demselben Tiegel viele ngen nach einander anstellt und den Borax nicht un- nge im Flusse erhält. Man wendet gern ein und den- egel wiederholt zum Calcinieren an, weil dann das nur wenig von den Bestandtheilen der Tiegelmasse ver- wird. Man bringt die zu schmelzende Quantität von ch und nach in den Tiegel ein, wenn die vorhergehende ingegangen ist. Der geschmolzene Borax wird ausge- Wird er auf die gewöhnlichen Eingussbleche ausge-

gossen, so muss er mit einem umgekehrten Tiegel oder Scherb bedeckt werden, weil er beim Erkalten stark rissig wird zerspringt, wobei leicht ein Verlust durch Abspringen kl Theile entstehen würde; am kürzesten giesst man den B sogleich in den eisernen Mörser aus, in dem er zerstossen wer soll, und bedeckt diesen mit dem Schliessdeckel. Nach Zerstossen (nicht Zerreiben, weil er in diesem Falle leicht ein haltig wird) wird er durch ein Haarsieb geschlagen und in nem gut verschlossenen Gefässe aufbewahrt.

Phosphorsalz. 15. Phosphorsalz ($\dot{N}a, \dot{N}H^4, \dot{H}$) $\ddot{\dot{P}}$ + 8 H = 14,90 12,46 $\dot{N}H^4$, 4,29 basisches $\dot{H}$, 34,03 $\ddot{\dot{P}}$ und 34,32 Krystallwass Enthält dasselbe Kochsalz, so muss es durch Umkrystallisier davon getrennt, sowie vor der Anwendung durch Schmelz von seinem Ammoniak- und Wassergehalt befreit werden. Wirkung des Phosphorsalzes ist der des Borax analog, nur kr tiger, indem die freie Phosphorsäure eine starke Auflösungskr auf Basen äussert und damit mehr oder minder leicht schme bare Doppelsalze bildet. Das Phosphorsalz ist in der Dokima z. B. zur Trennung des Nickels von Kupfer, neuerdings an wandt worden.

Flussspath. 16. Flussspath, Ca Fl = 52,57 Ca und 47,43 Fl. Es w den reine Stücke des Minerals ausgewählt und solche vor d Anwendung sehr fein zerpulvert. Der Flussspath wirkt bei d Proben, zu denen er verwandt wird, dem Boraxglase sehr ähn lich, jedoch erst in einer höheren Temperatur, als im Muffelo erreicht werden kann. Obgleich er für sich nicht flüchtig ist so wird er doch durch Kieselerde bei Weissgluth so zersetzt dass flüchtiges Fluorsilicium gasförmig entweicht, während sich kieselsaure Kalkerde bildet. Das Gewicht einer bei seiner An wendung erhaltenen Schlacke lässt demnach auf die Menge der in einem Probiergute enthaltenen Schlacke gebenden Bestand theile keine sichere Schlüsse machen.

Glas. 17. Ordinäres weisses Glas. Es steht in seiner Schmelzbarkeit zwischen Flussspath und Borax. Da es aber eine bereits mehr oder weniger mit Kieselerde gesättigte Verbindung ist, so kann es häufig nur durch fast rein mechanische Wirkung

rung der Schmelzbarkeit eines Probierguts beitragen.
ehr selbständig als Schlacke oder als Decke. Seine
ist beschränkt, bei einzelnen speciellen Proben soll
darüber angegeben werden. Man wähle ein leicht-
s, welches frei von leicht reducierbaren Metaloxyden
ch frei von arseniger Säure und Bleioxyd.

nalysen:

$\dot{K}$	$\dot{Na}$	$\dot{Ca}$	$\dot{Mg}$	$\dot{Mn}$	$\dddot{Al}$	$\dddot{Fe}$
5,48	—	29,22	—	—	6,01	5,74
3,1		22,3	—	1,2	8,0	4,0
—	16,4	15,6	2,2	—	2,4	0,7
10,6	—	10,0	—	0,3	3,0	1,5
8,0	3,0	13,0	0,6	—	3,6	1,6
1,7	10,0	19,9	0,5	—	1,2	7,0
2,0	7,2	24,7	2,0	—	4,1	10,1
15,0	—	8,0	—	—	1,0	—
12,7	2,5	10,3	—	0,2	0,4	0,3
21,0	—	9,9	—	—	1,4	—
10,73	3,13	8,71	—	—	Spr.	Spr.
14,0	8,0	—	—	—	1,0	—
11,49	3,07	10,43	—	—	0,30	0,13
18,5	—	7,2	—	—	0,1	
29,98	2,06	9,41	—	—	0,88	
15,8	3,0	7,6	2,0	—	1,2	0,5
2,1	17,2	8,7	0,2	—	0,5	0,3
—	12,88	16,17	—	—	2,40	—
—	15,2	13,3	—	—	1,8	—
—	17,0	6,4	—	—	2,6	1,9
3,0	13,0	5,3	—	—	—	0,9
1,3	11,6	6,1	—	—	2,7	—
1,7	12,4	4,8	—	—	3,6	—
6,9	8,1	11,0	1,1	0,1	1,2	0,5

zösisches grünes Flaschenglas nach Dumas und Berthier.
zösisches grünes Arzneiflaschen-Glas nach Berthier.
sches grünes Flaschenglas nach Warington, durch Wein
tzbar.
ses Böhmisches Hohlglas, ersteres nach Peligot.
isches Spiegelglas nach Peligot.
isches Becherglas nach Struve, wird von Säuren nicht an-
ffen.
l. nach Peligot.
nische Verbrennungsröhren für die organische Analyse nach
ney und *Otto*.

15. Petersburger Becherglas nach Struve, aus welchem durch Salzsäure 8 pCt Alkalien bei Digerierwärme ausgezogen werden.
16. Französisches Hohlglas.
17. Französisches Glas für die Geräthschaften der Laboratorien Paris nach Salvetat.
18—19. Französisches Fensterglas
20. Französisches Spiegelglas nach Berthier.
21—23. Englisches Spiegelglas.
24. Venetianisches Spiegelglas

Kalkerde.

18. Kalkerde. Der Anwendung der reinen Kalkerde als Zuschlag stehen für die gewöhnliche Praxis unüberwindliche Schwierigkeiten entgegen, da sie zu schnell an der Luft verändert wird, d. h. Kohlensäure und Wasser anzieht. Man wendet daher stets eine sehr reine, fein gepulverte kohlensaure Kalkerde $\dot{Ca}\,\ddot{C} = 56{,}29\,\dot{Ca}$ und $43{,}71\,\ddot{C}$ an, z. B. reinen Marmor, abgeknisterten reinen Kalkspath, auch wohl sehr reine Kreide. Ob der kohlensaure Kalk fremde (kohlensaure) Metallsalze enthält, zeigt sich am einfachsten durch ein Weissglühen desselben, wo er dann durch das Metalloxyd gefärbt wird. Kersten fand in mehreren farblosen durchsichtigen Kalkspathvarietäten von Freiberg 1—2 Procent kohlensaures Manganoxydul, auch viele der Harzer weissen Kalkspathe (auch solche von Andreasberg) zeigen durch die Farbe nach dem Brennen sehr auffallend einen Eisen- und Mangangehalt. Dergleichen Sorten sind als Zuschlag, besonders zu den Eisensteinsproben, völlig zu verwerfen. Eine andere sehr häufige Verunreinigung des natürlichen kohlensauren Kalkes ist kohlensaure Talkerde, Thonerde und Kieselerde. Die kohlensaure Talkerde kann oft nützlich sein und geringe Beimengungen von Thon- und Kieselerde schaden für die gewöhnlicheren Fälle nicht. Unreine Kalksteinsorten sind als Probirmaterial zu verwerfen, am geeignetsten sind die bei Bildhauerarbeiten abfallenden reinen Marmorstücke.

Die Kalkerde dient vorzugsweise, um ein für die Schlackenbildung günstiges Erdenverhältnis im Probiergute herzustellen. will man aus dem bei der Probe gefundenen Schlackengewicht Schlüsse ziehen, so hat man vor der Anwendung genau zu untersuchen, wie viel der vorliegende kohlensaure Kalk du

e Weissgluth am Gewichte verliert. Für Untersuchungen
ng von Silicaten und Schmelzbarkeit derselben muss
ein zuvor einer genauen Analyse unterworfen werden.
gewöhnlichen Eisensteinsproben genügt es, sich zu er-
ss reiner kohlensaurer Kalk 56 Procent reine Kalkerde

Thonerde, Thon. Die Thonerde dient, wie die Kalk- Thonerde, Thon.
ugsweise als Zusatz, um ein für die Schlackenbildung
Erdenverhältnis im Probiergute zu erreichen. Sie wird
reinen Zustande verwendet. Man benutzt einen ge-
n, sich weiss brennenden Porzellan- oder Pfeifen-
hat für die gewöhnliche Anwendung zu berücksichtigen,
e Thonsorten mehr Kieselerde als Thonerde enthalten;
orten enthalten auch geringe Mengen Talkerde, die
uerfesten auch Kalkerde und Alkali. Die Thonarten
durch Verwitterung von Schiefergesteinen entstanden.
rselben enthalten bis zu 20 Procent und nur die reinsten
n (pag. 71) einige 30 Procent Thonerde. Die Anwen-
Thonzuschlägen erweist sich in manchen Fällen des-
heilhaft, weil die Thonerde als Säure und Base auftreten
lb als Ausgleichungsmittel für die nachtheiligen Extreme
selungszustande wirken kann. Will man den Thon
ndemittel für die Anfertigung der Kohlentiegel benutzen
t die Überzeugung, dass er beim Brennen gar nicht
höchst schwach gefärbt wird. Um einfache Schlüsse
Gewichte der bei den Proben fallenden Schlacke auf
e der im Probiergute enthaltenen Schlacke gebenden
eile zu ziehen, genügt die Bestimmung, wie viel der
ch anhaltende Weissgluth am Gewichte verliert. Will
zu Silicatbildungen von bestimmter Zusammensetzung
so müssen vorher seine Bestandtheile durch eine Ana-
u quantitativ ermittelt sein.

Kieselsäure, Quarz. Der Zusatz von Kieselerde Kieselerde.
stets die Erzeugung eines Silicats. Ihre Anwendung
den einzelnen Proben gezeigt. Man benutzt als Kie-
reine Quarzstücke, welche man scharf ausglüht
h heiss im Wasser ablöscht, wodurch sie leichter pul-

verisierbar werden. Sollte man nur über einen Quarz verfüg
können, welcher sich gelb oder röthlich brennt, so kann m
das Eisenoxyd &c. durch Digerieren mit ordinärer (nicht chemis
reiner) Salzsäure und nachheriges Aussüssen entfernen. F
manche Proben, z. B. auf Blaufarbenglas, ist es nothwendig, da
zuvor jeder Eisengehalt auf diese Art entfernt wird. Alle K
selerde muss sehr fein gepulvert und gesiebt angewendet w
den. Für manche Schmelzversuche ist sie dann nochmals z
Entfernung aller Feuchtigkeit durchzuglühen. Über einige Silic
der Thon- und Kalkerde siehe die Proben auf Eisen.

Metallisches Arsen.

21. Metallisches Arsen. Dasselbe dient bei der Kobal
Nickel- und Kupferprobe zur Umwandlung der in der zu p
bierenden Substanz befindlichen Metalle in Arsenmetalle. Ei
im käuflichen Arsen (Scherbenkobalt, Fliegenstein) fast imm
enthaltene geringe Menge Arsensuboxyd und Schwefelars
schadet nicht, wohl aber eine Beimengung von Arsenkies, welc
sich an dem bedeutenden Rückstande zu erkennen gibt, der b
einer in einer einseitig geschlossenen Glasröhre vorgenommen
Sublimation zurückbleibt. In solchen Fällen wird das Ars
zur Reinigung in einen Hessischen Tiegel gethan, e
anderer Tiegel darauf gesetzt und die Fugen mit Thon v
kittet. Man setzt die Tiegel so in ein ausgeschnittenes Stü
Eisenblech ein, dass der obere Tiegel nicht von der Hitze
troffen wird und beim starken Glühen des unteren das sul
mierte Arsen aufnimmt. Nach dem Erkalten des Tiegels wi
die krystallinische Arsenkruste herausgenommen, gröblich gep
vert und in einem gut verschlossenen Gefässe aufbewahrt.

Blei.

22. Blei. Dasselbe muss möglichst rein, besonders f
von Gold, Silber, Kupfer und Antimon sein. Spuren einig
dieser Metalle enthält das Blei des Handels stets, und in manch
Fällen sind sie auch unschädlich. Am unschädlichsten si
sehr geringe Mengen von Kupfer und Antimon, und können
vernachlässigt werden. Wird jedoch in einem Bleie der Kupfe
gehalt merklicher, was man schon nach dem Abtreiben d
selben auf der Capelle erkennt, welche sich dann mehr od
weniger grünlich oder schwärzlich gefärbt zeigt, so ist es
Probiermaterial zu verwerfen. Ein Antimongehalt zeigt si

Verunreinigungen.

bei der Behandlung des Bleis mit verdünnter reiner Salpetersäure als weisser unlöslicher Rückstand. Ein mehr als sehr geringer Gehalt an Antimon ist noch schädlicher als ein Kupfergehalt und macht das Blei für den Probierer unanwendbar. Ein sehr geringer Gehalt an Silber oder güldischem Silber macht das Blei für die Proben auf Silber nicht ganz unbrauchbar. Kein Blei des Handels ist völlig frei von Silber; je geringer dessen Menge ist, um so weniger wirkt es störend ein und um so anwendbarer ist das Blei für den Probierer. Stets aber muss man die Grösse dieses Gehalts an Silber oder güldischem Silber genau ermitteln, um ihn von den gefundenen Gehalten in Abzug bringen zu können. Dies geschieht gewöhnlich dadurch, dass man eine der zur Probe angewandten Bleimenge gleiche Quantität Blei (Bleischwere) ansiedet und abtreibt und das erhaltene Silberkorn beim Auswiegen der Probe zu den Gewichten legt, wie z. B. auf den Oberharzer Hütten, wo das Probierblei etwa $\frac{1}{8}$ Loth Silber im Centner enthält.

In Freiberg wird das Probierblei für die Silberhütten dadurch gewonnen, dass man das Blei durch wiederholtes Abtreiben und Verfrischen, bei welchem ersteren man die zuletzt gefallene Glätte zurücklässt, reinigt. Solches Blei enthält in 100 Centnern etwa 0,5—1 Pfundtheil Silber, welcher geringe Gehalt nicht in Anrechnung gebracht wird. Von den Bleisorten des Handels ist das Villacher, das Spanische und das Nordamerikanische Blei das silberfreiste.

Darstellu von silb armem B

Könnte man kein Blei erhalten, welches silberfrei genug ist, so muss man sich solches besonders darstellen, und hierzu eignet sich vorzugsweise die schon von Hjelm [1]) angeführte Methode, nach welcher man bereits möglichst silberfreie Bleiglätte in einem Thontiegel zum dünnen Flusse bringt. Der Tiegel wird zuvor, damit er von der Glätte weniger angegriffen werde, mit Glas überzogen. Auf die Oberfläche der dünn fliessenden Glätte wird dann etwas Kohlenstaub gestreut, wodurch ein leichtes Aufbrausen entsteht und sich Blei reduciert, welches in Tropfen die geschmolzene Glätte durchdringt und ihren Silbergehalt auszieht.

[1]) von Crell, chem. Annalen. 1797. I. 371.

Dieses Aufstreuen von Kohlenstaub wird zu mehreren M wiederholt. Am Boden des Tiegels findet sich dann ein Bleireg welcher den grössten Theil des Silbers enthält. Die Glätte im Kohlentiegel zu Blei reduciert, welches sich nun silb genug erweisen wird, um als Probiermaterial verwendet w zu können. Könnte man auch keine reine Glätte erhal kann man sich das Probiergut aus reinem Bleiweiss dar da dieses in mässiger Hitze in Bleiglätte zerlegt wird. B Anwendung von gutem Bleiweiss ist man vor einer nachth Verunreinigung des Probierbleies durch Kupfer und Antim sichert. Ein Blei, welches Gold oder güldisches Silber ist für die Proben auf Gold ganz unzulässig.

ung ier- als ei,

Man verwendet das Probierblei entweder ge oder als grössere compacte Stücke, seltener als stärkere oder dünne Bleifolie. Um das Blei zu körnen, wird es i eisernen Giesskelle oder in einem Thontiegel geschmol sobald es nur noch um etwas weniger heiss ist, als se starrungstemperatur beträgt, abgeschäumt und auf ei Kreide ausgestrichenen hölzernen Trog in Parthien v 1—2 Pfund ausgegossen, dann auf demselben leicht in geworfen und geschüttelt, so dass es sich in kleine Körnchen beim Erstarren vertheilt. Statt des Troges man sich auch wohl, um mechanischen Verlusten vorz einer grossen hölzernen Büchse. Das auf eine dieser A haltene Kornblei muss nun, da es stets ungleichartig aus siebt werden, und die zu grossen Körner schmilzt man um. — Zu tadeln ist der Vorschlag, die zu den Proben liche Menge gekörntes Blei, sobald man viele Proben zu habe, dem Masse nach zu nehmen, statt auf der Waa wiegen. Man erhält durch das Mass leicht falsche G mengen und das Vorrichten dieser Bleimengen lässt sic schon lange vorher vornehmen, ehe man die Proben an

pacten hen.

hat. Will man das Probierblei in compacten S verwenden, so giesst man in eisernen Formen dünne Z schneidet von diesen das verlangte Gewicht ab. Bed lufig gleich schwere compacte Bleistücke, so ist es seh lässig, eiserne Formen nach Art der Bleikugelformen a

en, nur lässt man dann die Form so einrichten, dass mehrere
itze oder halbe Kugeln gleichzeitig gegossen werden können;
ich muss man für verschiedene Gewichte der Bleistücke mit
rschiedenen Formen versehen sein; z. B. für die Anstellung
r Gold- und Silberproben auf der Capelle bedarf man höchstens
solcher Formen, welche Bleistücke von dem 2-, 3-, 4-, 6-, 8-,
, 12-, 14-, 16- und 32fachen Gewichte der Probiermark
ern.

23. Bleiglätte, $\dot{Pb}$ = 92,83 Pb und 7,17 O. Ihrem Ge- Bleiglät
iche liegen verschiedene Zwecke zum Grunde: man will durch
die Bleimenge bestimmen, welche ein Brennmaterial zu re-
eren vermag, oder man will durch ihren Zuschlag ein leicht-
iges Silicat erzeugen oder man will sie, da sie bei verhält-
assigem Zusatze alle Schwefelmetalle zerlegt, als Entschwe-
gsmittel benutzen und dergl. In Bezug auf die erforderliche
heit derselben gilt ebenfalls das beim Bleie Angeführte; auch
sie nöthigenfalls auf die obige Weise entsilbert werden.
sie zur Ermittelung des Silbers in einem Probiergute dienen,
uss man ihren etwaigen Rückhalt an edlen Metallen dadurch
tteln, dass man sie wie eine Bleiprobe behandelt und aus
ausgeschiedenen Blei das Silber durch Cupellation ab-
idet. Die Oberharzer Kaufglätte enthält etwa 0,062—0,125
Silber im Centner. Ein Silberückhalt in der Probierglätte
ber noch störender als im Probierbleie. Die Glätte muss
hförmig in ihrer ganzen Beschaffenheit, frei von allen etwa
emengten Bleikörnchen, wie auch fein aufgerieben und ge-
sein.

24. Bleizucker, 56,7 $\dot{Pb}$, 27,1 $\bar{A}$ und 14,2 $\dot{H}$, wird der Bleizuc
te wegen seines weit geringeren Silbergehaltes vorgezogen.
aguti und Durocher [1]) glühen denselben in einem Tiegel,
en die geglühte Masse auf eine rothglühend gemachte Eisen-
e aus und calcinieren dieselbe mit Salpetersäure zur Um-
dlung des reducierten Bleies in Oxyd.

---

[1]) Malaguti und Durocher, über das Vorkommen und die Gewinnung des Silbers, deutsch von Hartmann. Quedlinburg und Leipzig. 1851, pag. 3.

Pettenkofer [1]) zieht den Bleizucker noch deshalb der Glätte vor, weil er das Probiergut beim Schmelzen durchdringt und dessen Bleioxydgehalt durch den Kohlenstoff und Wasserstoff der Essigsäure reduciert wird. Das im statu nascenti sich ausscheidende fein zertheilte Blei äussert eine bedeutendere zersetzende Einwirkung auf das Probiergut, als das Blei in irgend einem andern Zustande. Der käufliche Bleizucker wird dadurch vorbereitet, dass man denselben so lange schmilzt, bis sich die Masse aufgebläht hat und wieder fest geworden ist, in welchem Zustande sie 66—70 Procent $\dot{P}b$, 28—30 Procent $\bar{A}$ und 1—4 Procent $\dot{H}$ enthält. In der geglühten Masse findet sich in der Essigsäure mehr als hinreichend Kohlenstoff vor, um das Bleioxyd zu reducieren. Bei zu grossem Gehalte an Kohlenstoff wird die Masse zu strengflüssig, in welchem Falle ein Salpeterzusatz vortheilhaft wirkt. Der von Pettenkofer untersuchte Bleizucker enthielt durchschnittlich 0,044 Loth Silber im Centner.

Bleiglas. 25. Bleiglas. Man versteht hierunter ein kieselsaures Bleioxyd, welches durch Zusammenschmelzen von 2—4 Theilen Glätte und 1 Theil Kieselerde gebildet wird. Beim Zusammenschmelzen hat man alles zu vermeiden, was eine Bleireduction veranlassen könnte. Es wurde in frühern Zeiten mehr angewandt als jetzt; es dient besonders da statt der Glätte als Zuschlag, wo man bei an Kieselerde armem oder ganz freiem Probiergute ein leichtes Durchfressenwerden der Tiegel befürchtet oder die Probe Erden und Metalloxyde enthält, welche mit Glätte allein weniger leicht geschmolzene Verbindungen geben, als wenn diese auch im Bleiglase Kieselerde mit zubringt. Hat man kein Bleiglas vorräthig, so genügt ein Zusatz von Kieselerde zur Glätte bei der Probe selbst.

Eisen. 26. Eisen. Es wird in der Form von bis $\frac{1}{4}$″ starken und einige Zolle langen Drahtstücken oder von vierseitigen Stäben, deren Oberfläche glatt und blank gefeilt ist, sowie in 1—2″ langen dünneren Drahtstiften, zu den Proben auf Kupfer verwendet; ferner in kleinen $\frac{1}{4}$—$\frac{3}{8}$″ langen und 2—$2\frac{1}{2}$‴ dicken Drahtstückchen von bestimmtem Gewichte, 10—40 Probierpfund

[1]) Bergwerksfr. XI. 49. — Polyt. Centr. 1846, pag. 514.

en Proben auf Blei und Antimon. Für weitere Zwecke ist Gebrauch sehr eingeschränkt. Seltener gebraucht man kleine el oder Feil-, Dreh- und Bohrspähne. Um es dem Rosten zu schützen, muss es trocken aufbewahrt len.

27. Eisenhammerschlag, $\dot{Fe}^6\,\ddot{Fe} = 75{,}68$ Fe und 2 O. Seine Anwendung ist beschränkt und nur für die Proben Kupfer wichtig. Er muss rein gehalten und sehr fein gepul- und gesiebt sein. Eisenhammerschlag.

28. Kupfer. Man bedarf ein möglichst chemisch reines, na- dlich eisenfreies Kupfer zu den Manganerz- und den Eisen- en und kann es sich zu diesem Zwecke selbst aus reinem fervitriol bereiten. In eine erwärmte, mässig concentrierte ng desselben, welche vorher mit einigen Tropfen Schwefel- e angesäuert ist, wird ein blank abgefeiltes Stück Schmiede- n (etwa sehr starker Draht) so eingestellt, dass es ganz von Flüssigkeit bedeckt ist. Man kann die Abfällung des Kupfers h eine Wärme von etwa 33—40° C. beschleunigen. Das fer wird mit heissem Wasser gut ausgesüsst, dann noch mit isch reiner Salzsäure ausgekocht, wieder ausgewässert und raschem Trocknen im Tiegel zusammengeschmolzen und in ausgegossen. Es muss nun zu dünnen Blechen ausgewalzt en, welche man sorgfältig auf ihrer Oberfläche reinigt und sende Streifen zerschneidet. Es muss trocken aufbewahrt n. Vor dem Gebrauche ist es nöthigenfalls nochmals mit ure zu digerieren, damit alle etwa anhaftenden oxydierten en völlig entfernt werden, worauf man es mit Wasser , auf einer mässig warmen Platte (Stubenofen) schnell und nun die nöthige Quantität abwiegt. Durch Nieder- von Kupfer aus Kupfervitriollösung auf z. B. eine Da- ypplatte bei Anwendung des galvanischen Stromes lässt misch reines Kupfer in cohärenter Form erhalten. Kann stes Russisches (Paschkow) Kupfer oder beste lische dünne Kupferbleche erhalten, so ist eine Dar- les Kupfers aus Kupfervitriol unnöthig, da diese Kupfer oder nur höchst unbedeutende Mengen Eisen enthalten. pfergaarproben auf der Capelle bedarf man kein chemisch Kupfer.

reines Kupfer, weil diese Proben bei dem reinsten Kupfer dennoch Resultate liefern, welche weit mehr differiren, als die Menge der in den bessern dünnen Kupferblechen des Handels vorhandenen fremden Bestandtheile beträgt. Doch hat man auch zu diesem Zwecke auf die Anwendung eines möglichst reinen Kupfers zu sehen.

Silber. 29. Silber. Das Silber, welches man zu den Goldproben verwendet, braucht nicht ganz chemisch rein zu sein; kleine Mengen von Blei und Kupfer schaden nicht, doch darf ihre Menge 2 Tausendtheile nicht übersteigen. Man kann demnach brandfeines Silber zu den Goldproben verwenden; dagegen muss es von Gold völlig frei sein. Es darf bei einer Prüfung, zu der man mindestens 3 Probiermark, besser noch etwas mehr, eingewogen hat, nicht die entfernteste Spur Gold erkennen lassen; beim Auflösen desselben in mässig starker, chemisch reiner Salpetersäure darf nicht eine Spur Rückstand bleiben. Man stellt sich dieses Silber, hat man kein goldfreies Brandsilber, selbst dar, entweder aus der salpetersauren Silberauflösung, welche man von vorgängigen Goldproben angesammelt hat, oder man löst brandfeines Silber in mässig starker und völlig reiner Salpetersäure auf und verdünnt dann die Auflösung mit wenigstens gleichem Volumen reinen Wassers. Nachdem man der Lösung zum Absetzen des Goldes Zeit gelassen hat, wird sie durch ein doppeltes Filter gegeben und nun durch eine klare Kochsalzlösung vollständig zersetzt. Das Chlorsilber wird mit reinem Wasser zu wiederholten Malen ausgewässert, bis dieses unverändert wieder abgegossen oder mit einem Heber weggenommen werden kann. Blutlaugensalz darf nicht die geringste röthliche Färbung mehr in ihm hervorbringen (Kupfer). Das gewonnene Chlorsilber kann auf nachstehende Art reduciert werden:

a. man legt in die feuchte Masse Eisen- oder Zinkstäbe, fügt Schwefelsäure in hinreichender Menge hinzu, um eine schwache Wasserstoffentwicklung zu unterhalten, und lässt sie einige Tage unangerührt stehen. Nach beendigter Zersetzung wird der Rest des Eisens odes Zinks weggenommen, das reducierte Silber zuerst mit schwefelsäurehaltigem und dann mit reinem Wasser gut ausgesüsst. Darauf schmilzt man es nach dem Trocknen

it calciniertem Borax, dem man Pottasche oder etwas Salpeter zu-
tzen kann, bei anfänglich langsam steigender Hitze im Wind-
en oder vor dem Gebläse ein, giesst es zu dünnen Zainen aus
der körnt es durch Eingiessen in bewegtes Wasser. Ist man
icht überzeugt, dass das zu benutzende Zink völlig von Blei
rei ist, so ist Eisen zur Zersetzung des Chlorsilbers vorzuziehen.
at man Gelegenheit, die Zaine unter einem Walzwerke bis zu
lechen von solcher Stärke auszustrecken, dass sich davon Theile
it der Scheere leicht wegnehmen lassen, so ist dieses einem
örnen bei weitem vorzuziehen. Die Körner müssen vor dem
bwiegen schwach geglüht werden, um alles Wasser aus den
oren auszutreiben. Die ausgeblechten Zaine müssen an der
berfläche völlig rein abgekratzt werden.

b. Statt obiger Reduction kann man auch das Chlorsilber
rocknen und dann mit schwarzem Fluss oder mit 70 Procent
reide und 5—6 Procent Kohlenstaub vermengt im Tiegel redu-
ieren. Die Reduction mit Kreide verlangt jedoch eine ziemlich
tarke Hitze. Das auf einem dieser Wege dargestellte Silber
st jedoch niemals ohne besondere vorgängige Prüfung als wirk-
ich frei von Gold anzunehmen.

c. Nach Böttger wird das frischgefällte, gut ausgesüsste
Chlorsilber in einer Porzellanschale mit einer hinreichenden
Menge einer Auflösung von Soda (1 Theil krystallisierte Soda
in 3 Theilen Wasser) überschüttet, ein dem Chlorsilber gleiches
Quantum Stärkezucker hinzugesetzt und das Ganze zum Sieden
gebracht. Nach wenig Minuten ist das Chlorsilber reduciert und
das Silber erscheint als ein zartes, dunkelgraues Pulver, welches
durch Decantieren ausgewässert, getrocknet und in einem Por-
ellantiegel geglüht wird.

Zu den Silberproben auf nassem Wege bedarf man absolut
hemisch reines Silber. Man darf für die Darstellung desselben
keine Mühe scheuen, da von der völligen Reinheit des Silbers
wesentlich die Verlässigkeit des Resultats abhängt, welches
durch diese nassen Proben erhält. Das Chlorsilber, wel-
man wie oben oder bei der Ausübung der nassen Silber-

probe selbst gewinnt, wird auf eine der oben angegebenen Arten reduciert. Es ist aber gewöhnlich nichts weniger, als [redacted] völlig chemisch rein; es kann, besonders wenn man Chlorsilber von der nassen Silberprobe nahm, noch mit Gold, auch mit Spuren von Kupfer und Blei verunreinigt sein. Man muss das Auflösen des Silbers, Filtrieren der Lösung, Niederschlagen, Aussüssen und Reducieren des Chlorsilber noch 1—2mal wiederholen, um von der völligen Reinheit des Silbers überzeugt sein zu können. Gekörntes Silber ist für die nassen Silberproben nicht zu gestatten, man muss es in dünnen Blechen herstellen, welche sich leicht mit der Scheere zerschneiden lassen.

haltiges Kupferhaltiges Silber wird nach Wicke[1]) in Sal-
ter. petersäure gelöst, die überschüssige Säure abgeraucht, mit Wasser verdünnt und beide Oxyde durch kohlensaures Natron im Überschuss in der Wärme gefällt. Die beiden kohlensauren Salze werden unter anhaltendem Kochen (10 Minuten) durch eine Traubenzuckerlösung resp. zu Kupferoxydul und metallischem Silber reduciert. Man filtriert, behandelt den Niederschlag noch feucht mit kohlensaurem Ammoniak in der Wärme, wodurch das Kupferoxydul ausgezogen wird. Diese Operation wird mit kohlensaurem Ammoniak so oft wiederholt, als sich die Lösung noch blau färbt; dann wäscht man das Silber durch Decantieren aus. Das Verfahren ist einfach und in kurzer Zeit auszuführen.

Zu einigen anderen Zwecken, z. B. zur Ansammlung des Bleies aus einem bleiarmen Probiergute bedarf man nur gutes brandfeines Silber.

d 30. Gold. Man bedarf reines Gold als Zusatz zur Untersuchung einiger Gold und Platin enthaltenden Legierungen, wie auch zu Controlversuchen für die Goldproben. Man stellt es aus einem bereits möglichst reinen Golde dar. Dieses wird zu einem Bleche ausgeplattet, in Königswasser mit Vermeidung eines unnöthigen Säurezusatzes in mässiger Wärme aufgelöst und die Lösung im Wasserbade so lange abgedampft, als noch saure Dämpfe entweichen. Hierauf verdünnt man die Lösung sehr

[1]) Annalen d. Chem. u. Pharm. XCVIII. 143. 1856.

stark mit destilliertem Wasser und filtriert sie von dem ausgeschiedenen Chlorsilber ab. Diese Verdünnung mit Wasser ist wesentlich, weil sich Chlorsilber in starker Säure zwar zum Theil auflöst, aber durch gehörige Verdünnung mit Wasser sich wieder ausscheidet. Das Gold wird nun aus der Auflösung, welche man vorher mit etwas Chlorwasserstoffsäure versetzt hat, durch eine zugegossene Auflösung von reinem oxydfreien Eisenvitriol metallisch niedergeschlagen. Dabei erhitzt man die Lösung des Goldes sowohl, als die des Eisenvitriols bis auf etwa 70° C. und giesst letztere in erstere, und zwar anfangs in sehr geringen Mengen wegen der stattfindenden stürmischen Entwickelung von Stickoxydgas. Wird eine abfiltrierte Probe durch Eisenvitriol nicht mehr getrübt, so decantiert man die Flüssigkeit, oder zieht sie mit einem Heber ab und wäscht das in compacten Klumpen ausgeschiedene Gold aus, nachdem dasselbe wohl auch mit Salzsäure digeriert worden. Darauf schmilzt man es mit etwas Borax und Salpeter im Thontiegel zusammen. Hat man ein unreineres Gold zu obiger Arbeit nehmen müssen, so ist es gut, die Arbeit nochmals mit dem gewonnenen Golde zu wiederholen, um solches völlig rein zu erhalten. Kandelhardt [1]) wählt zur Auflösung ein von Kupfer freies Gold und bewirkt die Auflösung desselben in Königswasser, welches aus 2 Theilen Chlorwasserstoffsäure und 1 Theil Salpetersäure besteht und mit Wasser verdünnt wird, im Schatten an einem kühlen Orte ohne Erwärmung. Hierzu sind dann mehrere Wochen erforderlich. Er sucht einen Säureüberschuss zu vermeiden und hält die Auflösung in der Kälte für eine nothwendige Bedingung, um das Gold frei von Silber zu gewinnen, da auch erwärmtes Königswasser schon etwas Chlorsilber auflöst. Die gewonnene Auflösung wird vom Chlorsilber abfiltriert, mit dem mehrfachen Gewichte Wasser versetzt und bleibt dann mehrere Tage ruhig stehen, wodurch sich bisweilen nochmals ein schwacher Niederschlag absetzt, den man durch nochmaliges Filtrieren trennt. Die Lösung wird dann wieder mit Wasser verdünnt, darauf

[1]) Entwurf zur Instruction wegen eines gemeinsamen Probierverfahrens beim Golde unter den Zoll- und Münz-Vereins-Staaten. Berlin 1841.

mit einer Auflösung von Eisenvitriol versetzt und wie ob behandelt.

Levol hat ein Verfahren angegeben [1]), reines G zeugen und dabei die Reduction des etwa im Königsw aufgelösten Chlorsilbers zu verhindern. Er löst das Gold in Königswasser, aus 4 Theilen gewöhnlicher Sal 1 Theil Salpetersäure von ungefähr 20° Baumé bestel filtriert, um das niedergeschlagene Chlorsilber zu tren setzt der Flüssigkeit Antimonchlorür zu, welches so viel Salzsäure vermischt wurde, dass es von den welches das Goldchlorid hält, nicht getrübt werden k dieses doch der Fall sein und ein weisser Niederschl ren, so könnte derselbe mittelst Salzsäure leicht wiede werden und es hätte dies sonst keinen Nachtheil. Die B der Äquivalente ergibt und die Thatsache bestätigt: Antimonchlorür genau 100 Gold reducieren. Es ist aber besser, 200 Antimonchlorür, also doppelt so viel als Gold den, um so mehr, da ein Überschuss von demsel schaden kann. Nach einigen Stunden ist die Red schehen, besonders wenn man etwas erwärmt. Man reducierte Gold auf ein Filter, wäscht es zuerst mit Salzsäure, dann mit Wasser aus und schmilzt es in eine Tiegel mit etwas Salpeter und Borax. Die aus Antin bestehende abfiltrierte Flüssigkeit kann durch Kochen tallischem Antimon wieder in ihren vorigen Zustand führt und also immer wieder benutzt werden.

Auch Arsenchlorür, durch Auflösen von arsen in Salzsäure erhalten, reduciert das Gold rasch aus oder alkalischer Lösung. Weniger empfehlen sich O und Ameisensäure.

---

[1]) Aus dem Echo du monde savant. 1843. Nr. 29. in Din lytech. Journal, Bd. XCI. pag. 232.

Fünfter Abschnitt.

...en und Vorrichten des Probierguts.

§. 13. Probenehmen.

Allgemeines

...an durch die dokimastische Probe aus sehr kleinen ...engen den Gehalt finden will, den eine fast stets in ...tendem Verhältnisse grössere Menge des Körpers, von ... genommen werden soll, enthält: so kann man nur dem Resultate selbst der gerathensten Probe über- ...n richtigen Schluss machen, wenn man die Überzeu- dass die kleine Menge des Probierguts, welche man verwendet, auch ganz genau der Zusammensetzung der Menge conform ist. Dem angehenden Probierer muss ...hlen werden, hierauf seine volle Aufmerksamkeit zu ..., da jede Ausführung von Proben verlorene Mühe ... diese Vorbedingung nicht erfüllt ist. Nur in wenigen der Probierer den Gehalt eines einzelnen Handstücks einartigen Körper finden und dann hat man nur das in sehr kleine Stückchen zu trennen und jedes ein- ...sehen, ob nichts Fremdartiges (Bergart &c.) anhafte ...enommen werden müsse.

Probenehmen von Legierungen.

...chtiges Probiergut zu nehmen ist häufig bei Metallen, ...n &c. leichter, als wenn Haufwerke von Erzen, &c. vorliegen. Bei Metallen und Metalllegierungen ...olgende Arten des Probenehmens vor:

Aushiebprobe.

Aushiebprobe. Ist man von der gleichartigen ...heit des zu untersuchenden Stückes (Barrn, König, ...ain &c.) überzeugt, so wird die zu der Probe erforder- ...e mit einem Hohlmeissel ausgehauen, mit einer Scheere ...len &c. und auf einem polierten Amboss zu einem ...ättchen ausgeplattet, von dem man die erforderliche ...nn einwiegt. Können verschiedene Theile der Legie- ... ungleichen Gehalt haben, so werden entweder von ...iedenen Stellen Stücke für eine Probe weggenommen ... und Unterprobe bei Barrn, brandfeinen Testsilbern &c.)

und der Gehalt der verschiedenen Stücke besonders untersu
und mit einander verglichen, oder die sämmtlichen und verh
nismässig grossen Stücke werden zusammen geschmolzen u
nun erst davon zur Probe abgewogen. Die Aushiebe von Kupf
schmilzt man unter einer Decke von Kohlenpulver im Grap
tiegel um, giesst das Flüssige in einen Zain und lamell
diesen. Die geschmolzenen Metallbarrn sind auf der Mitte ih
Oberfläche mitunter etwas rauh, eingesunken, auch wohl ein
porös und hier am leichtesten mit geringen Mengen fremdartig
Körper mechanisch verunreinigt. Das Probiergut von dieser St
wegzunehmen kann daher leicht zu Irrthümern führen; man h
es, etwa in gleichem Abstande von der Mitte und der Kante
gern etwas tief aus, oder reinigt die betreffende Stelle vori
Bei Blicksilber pflegt die Bodenprobe reicher an Blei sein,
die Oberseite, auch befinden sich an ersterer zuweilen Mes
theile. Das Lamellieren ist umständlich. In Freiberg hat
diese Methode beim Probenehmen von Blicksilber verlassen;
dem Oberharze ist sie beim Brandsilber noch theilweise
bräuchlich. Man nimmt daselbst mittelst Eintauchens einer Zang
spitze in das noch auf dem Teste befindliche flüssige Silber gl
nach dem Feinwerden eine Oberprobe (Tupfprobe) und d
nach dem Erstarren desselben vom Boden der Planche eine A
hiebprobe.

ohrprobe. b. Die Bohrprobe. Mittelst eines Bohrers holt man
mehreren Seiten des Stückes, namentlich von oben und un
vom Rande und von der Mitte eine zur Probe genügende Qu
tität Bohrspähne weg. Diese Probe wurde in Freiberg
der Aushiebprobe für Brandsilber eingeführt, aber wieder al
worfen, weil sie auch keinen richtigen Durchschnittsgehalt
Die dünnen Bohrspähne lassen sich zwar leicht zerschneid
lassen aber bei ihrem bedeutenden Volumen leicht Verlust
der Capelle zu. Für Schwarzkupfer ist diese Art des Pr
nehmens in Freiberg noch gebräuchlich. Die obere unr
Kruste desselben wird nicht zur Probe genommen. Sie gib
nauere Resultate, als die Aushiebprobe und man spart dabei
Lamellieren. — Auf den Harzer Hütten nimmt man, da
spröde Schwarzkupfer gewöhnlich am leichtesten zerkle

lassen, wenn sie noch glühend sind, in diesem Zustande kleine Stücke vom Probiergute weg, welche dann später noch weiter zerstossen oder ausgebreitet werden.

c. Die Spanprobe. Dieselbe kommt hauptsächlich beim Kupfer in der Weise zur Anwendung, dass man einen polierten Eisenstab in das flüssige Kupfer taucht, die dadurch gebildete Rinde (Span) vom Eisen abschlägt und lamelliert. Diese Probe gibt gewöhnlich einen zu niedrigen Gehalt und steht der Aushiebprobe nach. Spanprobe.

d. Die Schöpfprobe. Legierungen welche an den verschiedenen Stellen merklich verschiedene Gehalte zeigen, werden am besten und sichersten umgeschmolzen und, während sie dann im heissen gleichförmigen Flusse sind, wiederholt umgerührt und eine kleine Menge für die Probe ausgeschöpft. Bei einem solchen Umschmelzen müssen dann alle Vorsichtsmassregeln angewandt werden, welche dazu beitragen, Alles zu entfernen, was störend auf die Beschaffenheit den Legierung einwirken kann. Regel wird in vielen Fällen ein möglichst vollkommenes Abhalten der atmosphärischen Luft durch Anwendung einer Kohlenstaubdecke &c. sein. Man muss aber immer die besondere Beschaffenheit der Legierung berücksichtigen. Vom Werkblei nimmt man gewöhnlich Schöpfproben beim Auskellen, nachdem die Masse im Stechherde gut umgerührt ist, und giesst dieselben in Zaine oder halbkuglige Formen. Nach Markus findet man den höchsten Silbergehalt im Werkblei an den am meisten abgekühlten Stellen, nämlich oben, den niedrigsten um den Mittelpunct der Scheibe, und an den Rändern findet eine merkbare Silberconcentration statt. Gewöhnlich geschieht das Auschöpfen einer kleinen Probenmenge aus dem flüssigen, gut umgerührten Blei gleich nach dem Eingiessen einer grösseren Menge in eine Thonschale oder in eine mit schlechten Wärmeleitern ausgekleidete eiserne Schale. Zweckmässiger ist es nach Markus, von dem flüssigen Blei im Stechherd beim Ausschöpfen aus jedem Löffel, abwechselnd oben, mitten und unten eine kleine, immer gleiche Menge in einen Inguss zu giessen und diese Gussproben in einem Graphittiegel bei einer Temperatur, in welcher sich alle Silberverbindungen gleichmässig lösen, einzuschmelzen. Nach genügendem Mengen wird Schöpfprobe.

hiervon mittelst eines thonüberzogenen Löffels eine Durchschnitts-Schöpfprobe genommen und der Rest des geschmolzenen Bleies auf der Granuliertafel zerkleinert. Die Schöpfprobe wird gewogen und ganz abgetrieben und zur Controle ausserdem von der Granalienprobe, je nach dem Silbergehalt des Bleies, 4 bis 20 Probiercentner abgetrieben. Bei angestellten Versuchen differierten Schöpf- und Granalienprobe nur wenig, dagegen Aushiebproben bedeutend [1]).

Granalienprobe.

e. Granalienprobe. Wird eine Probe von einer Legierung ausgeschöpft oder hat man sonst von einer geschmolzenen metallischen Verbindung Probe zu nehmen, so erleidet dieselbe, je nach ihrem Bestande, oft keine merkliche Veränderung, wenn sie in mit einem Reisigbesen bewegtes Wasser getröpfelt und dadurch granuliert wird. Bei zu starkem Rühren erfolgen leicht hohle Granalien, auch wohl, wenn das Wasser zu kalt ist. Man schüttet deshalb die Legierung durch einen Besen in erwärmtes Wasser, ohne zu rühren. Um mechanische Verluste bei der Zubereitung der Proben möglichst zu vermeiden, nimmt man die Granalien nicht gern zu fein. Dieselben dürfen gewöhnlich nur in gelinder Wärme getrocknet werden, damit sie nicht anlaufen oder gar beim Glühen oxydieren. Von den Körnern werden die passendsten ausgesucht, nöthigenfalls auf dem polierten Amboss laminiert und zur Probe abgewogen. Dieses Granulieren ist, wenn es sonst zulässig ist, einem Ausgiessen der Schöpfprobe zu kleinen Zainen vorzuziehen, weil auch in einem solchen Zaine durch ungleichförmige Abkühlung, verschiedene Krystallisationskraft der einzelnen Bestandtheile u. dergl. Ungleichförmigkeiten in der Zusammensetzung hervorgebracht werden können.

Probenehmen von sehr harten Substanzen.

Von einzelnen sehr harten und mehr oder weniger spröden Körpern muss wohl für die Probe im Stahlmörser (Taf. IV. Fig. 80) etwas zerstossen oder mit der Feile abgenommen werden. In diesem Falle muss dann häufig das Probiergut vor dem Abwiegen noch mit einem Magnete zur Wegnahme aller hineingebrachten kleinen Eisentheilchen ausgezogen werden.

---

[1]) Österr. Zeitschr. 1856, pag. 101.

Zur Untersuchung von Brennmaterialien (Holz, Torf &c.) wendet man wohl feine Sägespähne an oder nimmt die nöthige Menge mit einer Raspel ab. Probenehme von Brennstoffen

Man hat ganz allgemein darauf zu sehen, dass von dem Probiergute sowohl die kleinsten Quantitäten für das Abwiegen leicht weggenommen werden können, als auch dass solches, wenn es für die Probe mit Zusätzen vermengt werden muss, sich im möglichst hohen Grade der mechanischen Zertheilung befinde, damit diese Vermengung vollständig und innig geschehen kann.

Um von Erzen, Zwischenproducten, Schlacken &c. ein richtiges Probiergut zu nehmen, bedarf es oft der sorgsamsten Überlegung. Die Schwierigkeiten, eine richtige Durchschnittsprobe zu erhalten, steigen im Allgemeinen mit der Grösse der Masse, von der sie genommen werden soll, und noch mehr mit der ungleichartigen Beschaffenheit derselben. Sie können so anwachsen, dass man die Masse theilen und von jedem Theile eine oder mehrere Durchschnittsproben nehmen muss. Zuweilen sind die Schwierigkeiten beim Probenehmen von einem sehr ungleichartigen Haufwerk (z. B. von Stein einschliessenden Kupferschlacken) der Art, dass das Auge des Empirikers ihren Metallgehalt durch Taxieren richtiger bestimmt, als die Probe auf trocknem Wege und selbst als eine genaue Analyse. Die Art, das Probiergut zu nehmen, muss sich nach der Beschaffenheit der Substanz richten und sind hierbei die etwa bereits früher mit ähnlichen oder gleichen Substanzen gemachten, zum Theil ganz localen Erfahrungen zu Rathe zu ziehen. In grösseren Bergwerksdistrikten pflegen besondere Gesetze oder diesen gleich wirkende Gewohnheiten zu bestehen, wie das Probiergut von den Erzen, welche die Hütte übernimmt, weggenommen und vorgerichtet werden soll. Oft pflegen die Erze, Schlieche &c., von deren ziemlich gleichförmiger Beschaffenheit man überzeugt ist, bei ihrer Abgabe an die Hütte zu je einem, zwei oder mehreren Centnern auf die Waage gebracht zu werden. Man nimmt dann entweder schon von jedem einzelnen Troge, der auf die Waage gestürzt wird, oder auch nur von jeder einzelnen Abwiegung eine kleine gleichbleibende Quantität weg, damit man Probenehmen von Haufwerken.

Probenehmen von Schliechen.

eine von allen Theilen der Erzpost weggenommene glei
kleine Erzmenge erhält, welche nun noch besonders g
mengt, verjüngt und für die Probe vorgerichtet wird.
lich ist die Grösse der Erzpost, demnach auch die Zah
wiegungen, von denen zu einer Probe genommen wer
eine bestimmte, die sich theils nach der Reichhaltigkeit
Werthe des Erzes, theils nach der mehr oder wenig
artigen Beschaffenheit desselben zu richten pflegt.

Auf den Oberharzer Hütten werden die ang
Bleiglanzschlieche centnerweise in einem eisernen Kü
auf einer rostartig durchbrochenen Waagschale steht, ab
von jedem Centner mit einem eisernen Löffel jedesmal etwa
Probe so lange genommen und auf einen Trog geworf
Rost (42 oder 39 Centner, je nachdem der Schliech n
trocken war) ausgewogen ist. Nachdem das Probiergu
tig gemengt, wird eine Probe davon zur Bestimmung d
genommen und etwa 6 Pfund des Probierschliechs für
haltsproben getrocknet, zerrieben und gesiebt.

Zu St. Andreasberg geschieht das Auswägen d
reicheren Schlieche nach Pfunden.

Auf den Freiberger [1]) Hütten wird bei den zur
rung kommenden Erzen eine sorgfältige Mengung und ei
Grösse des Kornes verlangt, dass beim Absieben durch
mit 576 Maschen auf den Quadratzoll nicht über 15
Gröbe zurückbleibt. Arme trocken gepochte Dürrerze
Pfundtheilen Silbergehalt dürfen gröblicher zerkleint a
werden.

Das Verwiegen geschieht auf gewöhnlichen Wa
Quantitäten von 2 Centnern, à 50 Kilogramm = 10
à 100 Pfundtheilen, und zwar werden Erze mit einem
halt von

	1—50 Pfundtheilen	ausgewogen	bis auf	0,1 C
über	50—500	„	„	„ „ 1 P
„	500—5000	„	„	„ „ 0,1
„	5000	„	„	„ „ 0,02

[1]) Freiberger Jahrb. 1855, pag.

Bei silberleeren Blei- und Kupfererzen wiegt man bis auf 0,1 Centner aus.

Von je 2 Centnern abgewogenen Erzes wird mittelst eines gestielten halben hohlen Cylinders von Eisenblech aus der Mitte heraus ein kleiner Theil von $^1/_4$—$^1/_2$ Pfund herausgehoben, auf 2 neben einander stehende Tröge geschüttet und damit fortgefahren, bis die Post (höchstens 45 Centner) verwogen ist. Während der eine Trog für die Schiedsproben aufbewahrt wird, so wird aus dem andern sofort eine Probe zur Ermittelung der Nässe genommen, hierauf aus demselben Trog auf der Hütte von verschiedenen Puncten mittelst eines Probelöffels das für die anzufertigenden Proben auf den Metallgehalt erforderliche Erzquantum genommen, auf einem Eisenbleche bei 80° R. getrocknet, in einer eisernen Reibschale so fein gerieben, dass Alles durch das verdeckte Probiersieb geht, wobei, wenn das Erz gediegen Silber oder Glaserz beigemengt enthält, welche Einmengungen nach dem ersten Aufreiben nur theilweise durch das feine Sieb gehen, die zurückgebliebenen Theile so lange mit neuen Quantitäten von dem schon durch das Sieb gegangenen Erze in der Reibschale zu reiben sind, bis sie ebenfalls durch das feine Probensieb gehen. Dann wird das feingeriebene Probenmehl in der Reibschale gemengt und noch einigemal durch ein grobes Drahtsieb laufen gelassen.

Probenehr von Stück

Wenn die Substanz, von welcher Probe genommen werden soll, nur in gröberen Stücken, allein oder mit kleineren gemengt, vorliegt, z. B. bei Eisensteinen, gerösteten und ungerösteten Blei- und Kupfersteinen u. dgl., so hilft man sich wohl dadurch, dass man vom Umfange und auch aus der Mitte des Haufwerks weit grössere Gewichtsmengen als bei Schliechen von sehr vielen und verschiedenen Stellen für die vorzurichtende und zu verjüngende Probe wegnimmt. Man durchsticht auch wohl den Haufen, wenn er nicht zu gross ist, nach zwei sich rechtwinklig kreuzenden Richtungen mit einem Spaten und wirft alle 5 oder 10 Spaten einen Spaten voll zur Seite (z. B. Braunsteinstücke). Bei Schlacken kann man, während sie der Hüttenprocess erzeugt, von jedem Abhube &c. ein kleines Stück für das herzurichtende Probiergut zur Seite legen und ansammeln.

Am sichersten, jedoch oft nicht ausführbar, ist es, von einem solchen Haufwerke erst, nachdem es verpocht und vermengt ist, Probe zu nehmen. Von Schwefelmetallen kann man, während sie bei einem Processe fallen, von jedem Abstiche &c. etwas für das Probiergut ausschöpfen und ansammeln, um es später zusammenzuschmelzen und zu granulieren oder gemengt zu zerkleinen und zu verjüngen. Bei Kupfer-, Spur- und Dünnsteinen haut man wohl von jeder einzelnen Scheibe und jedem Bodenstücke eines Abstichs etwas aus. Um von geschmolzenen Kupfersteinen &c. aus dem Herde eine Probe zu nehmen, bedient man sich auch wohl des Sticheisens. Dieses ist mehrere Fuss lang und mindestens ½ Zoll stark, auch wohl kolbenförmig. Beim Gebrauche darf es nicht heiss, sondern muss nur trocken und ein wenig abgewärmt sein. Es wird auf kurze Zeit in den von Schlackendecke freien Kupferstein gehalten, wo sich durch die plötzliche Abkühlung eine etwa Messerrücken starke Lage des Kupfersteins anlegt, die nach dem Erkalten als Probiergut abgeschlagen wird. Diese Stichproben sind jedoch nicht sehr genau und gar nicht zulässig, wenn der Kupferstein bedeutend bleihaltig ist, da durch das Eisen die Schwefelverbindung leicht zersetzt wird und sich etwas metallisches Blei abscheiden kann.

Die Vertheilung des Silbers in einem Leche findet nach Markus [1]) nach folgenden allgemeinen Gesetzen statt:

1. Es findet beim Erstarren des Leches eine Ausscheidung der Metalllegierungen nach dem specifischen Gewichte statt, welche im Verhältnis der Temperatur des Leches und der Menge der ausser den Schwefelmetallen noch vorhandenen Verbindungen von einem andern specifischen Gewichte vorgeht.

2. Da die Schwefelmetalle specifisch leichter sind, als die Arsenmetalle, und Silber eine grössere Verwandtschaft zum Schwefel als zum Arsen hat, so erfolgt die Concentration des Silbers nach oben, dagegen die Anreicherung des zum Arsen sehr verwandten Kobalts und Nickels nach unten.

---

[1]) Österr. Zeitschr. 1855, Nr. 50 pag. 394; 1856, Nr. 14 pag. 105.

Für das Probenehmen zur dokimastischen Untersuchung ist
pfehlen, dass

. bei der Sortierung der Leche die speisearmen von den
reichen, sowie die silberarmen von den silberreichen ge-
werden, da letztere grössere Differenzen im Silbergehalte
h schliessen, als erstere;

. bei der Verjüngung von den gut zerkleinten Lechen zu-
eine grössere Parthie gleichmässig ausgehoben, z. B. von
Post von 50 Ctnr. 5 Ctnr. diese feingestampft und erst
liesem der letzte Durchschnitt genommen wird.

§. 14. Zurichten der Proben.

oll von einer aus gleichförmigen, horizontal über einander Möllerproben.
ichteten Lagen bestehenden Beschickung (Möller, Masche)
genommen werden, so müssen von mehreren Stellen der-
n perpendiculär und vollständig abgestochene prismatische
e weggenommen und zum Probiergute verjüngt werden.

eine Substanz untersucht werden, welche aus spröden, leicht Probenehmen von Gemengen von spröden u. geschmeidigen Substanzen.
iblichen Körpern und eingemengten, mehr oder weniger
ablen metallischen Stoffen besteht (z. B. Schlacke mit ein-
ngten Metall- oder Steinpartikeln, Bergart mit eingemengten
härtern oder metallischen gediegenen Mineralien &c.): so
es für einzelne Zwecke passend sein, das Probiergut etwas
erkleinen und sodann durch ein Sieb zu schlagen, auf
hem breitgedrückte metallische Theile (oder auch härtere
ere Erzpartikeln) zurückbleiben werden; darauf zerkleint
das Abgesiebte weiter, siebt nochmals durch ein feineres
, auf dem sich wieder feinere, früher noch mit durchgefallene
llische Theilchen ansammeln werden; dieses setzt man fort,
lles zu der nöthigen Feinheit gebracht ist. Man untersucht
, nachdem man sowohl die erdigen, als die metallischen
le für sich einzeln verwogen hat, einen jeden Theil besonders.
nthalte z. B. eine Silbererzpost (Gemeinprobe) von 50 Loth
gewicht 30 Loth rohe Plättchen (Glaserz, gediegen Silber
andere sich ausplattende Mineralien) mit 25 Loth Silber und
oth Siebfeines mit 12,5 Loth Silber. Danach sind enthalten

in einem Centner rohem Erz 100 Mark Silber in der Siebgröbe und 50 Mark in dem Siebfeinen, zusammen 150 Mark [1]).

Verfahren. Die kleinen Mengen, welche man von den zu untersuchenden Posten weggenommen hat, werden in Gewichtsmengen (zu deren Bestimmung häufig eine Abschätzung hinreicht), welche den Gewichten der verschiedenen grossen Posten entsprechen zusammengeworfen und vermengt. Hielt das Haufwerk Feuchtigkeit, so muss erst deren Menge durch eine besondere Nässprobe bestimmt werden, worauf man die ganze Menge des Probierguts trocknet. Lässt sich die Substanz zerpulvern so muss solche, war sie nicht bereits, — etwa durch die Pochwerksaufbereitung, — sehr fein, im Mörser mit Schliessdecke oder mit einem breiten Hammer auf der Platte des Reibeisens fein zerstossen, zerrieben und genau vermengt werden. Man schüttet sie dann auf einen kegelförmigen Haufen zusammen legt einen oder mehrere senkrechte Schnitte durch dessen Axe und nimmt $^1/_4$—$^1/_2$ der Masse zur weiteren Zubereitung weg, oder man breitet sie gleichförmig auf einer Fläche (Reducierungstische) aus und nimmt aus derselben nach der Länge, Breite und Diagonale kleinere Mengen heraus. Der weggenommene Theil wird von neuem zerrieben, nochmals genau vermengt und wieder zu einer kleinern Menge abgetheilt. Mit dieser Arbeit, welche das Verjüngen der Probe genannt wird, fährt man so lange fort bis man das Probiergut bis auf eine passende Menge, gewöhnlich einige Pfunde Civilgewicht, verringert hat. Es ist für dieses Verjüngen Behutsamkeit zu empfehlen; es darf beim Zerkleinen kein mechanischer Verlust (Verstäuben &c.) statt haben, auch darf man nicht früher anfangen abzutheilen, als bis die ganze Menge so weit zerkleint ist, dass eine vorgängige gleichförmige Mengung möglich geworden.

Zuweilen pocht man die genommenen Probestücke (z. B. Braunstein) nicht gleich fein, sondern schlägt sie mit einem Hammer zu gleichgrossen Stücken von dem Umfange einer Wall

[1]) Sternberger, Bestimmung des Silbergehaltes von Erzen, welche schwer zerreibliche Mineralien führen, bei Anwendung der dokimastischen Probe. Österr. Zeitschr. 1855, Nr. 17. p. 129.

muss, schaufelt dieselben untereinander, nimmt einige Spaten voll heraus, zerschlägt sie in einem eisernen Mörser zu erbsengrossen Stücken, nimmt nach einiger Mischung davon eine Handvoll heraus, zerstösst sie in dem eisernen Mörser zu feinen Körnern, wie Schiesspulver, und nimmt von diesem groben Pulver 2—4 Loth, welche ganz feingerieben und zur Probe verwandt werden.

Als die richtigste Verjüngungsmethode ist die sogenannte Mehlprobe zu betrachten, welche man durch Stampfen, Pochen und Mahlen einer verhältnismässig grossen Menge des Erzes oder Products und durch eine Verjüngung des erhaltenen Mehls bewirkt. Diese Methode ist jedoch nur bei spröden und leichtzerreiblichen Substanzen ausführbar und ihre Anwendung ausserdem durch andere, besonders pecuniäre Verhältnisse beschränkt.

Das Sieben der zerkleinten Erze &c. geschieht zweckmässig durch Öffnungen mit etwa $\frac{1}{5}$''' Weite.

In einzelnen Fällen kann man mit dem Probiergute noch andere mechanische Separationen vornehmen, z. B. ein Ausziehen mit dem Magnete, ein Aufweichen und Abschlämmen mit Wasser, ein Behandeln mit einer Säure, welche nur bestimmte Bestandtheile des Haufwerks angreift &c. und nachher nur einen oder jeden der getrennten Theile besonders untersuchen. Bemerkt werden muss hierbei, dass die der mechanischen Aufbereitung im Grossen entlehnten Vorarbeiten gewöhnlich keine sehr scharfe Trennung zulassen, daher sie auch nur für einzelne Fälle anwendbar sind und sehr häufig noch durch eine Probe mit dem blos verjüngten Probiergute controlirt werden müssen.

Aus Obigem erhellt nun, dass ein richtiges Nehmen und Einrichten des Probierguts stets die volle Aufmerksamkeit und Erfahrung des Probierers in Anspruch nimmt.

§. 15. Nässprobe.

Alle Resultate, welche der Probierer anzugeben hat, beziehen sich auf den Gehalt des von Nässe und Feuchtigkeit freien Körpers. Vor der weiteren Untersuchung hat demnach jedesmal das zu prüfende Erz, Schliech &

es ihm nass oder feucht geliefert wurde. Wird hierbei zu ei
nem Betriebszwecke verlangt, dass der die Nässe und Feucht
keit verursachende Wassergehalt dem Gewichte nach bestim
werde, so nennt man die Ermittelung desselben die Nassprö
Verfahren. Von dem angelieferten nassen Probiergute werden grö
Quantitäten (bis 100 Loth Civilgewicht und mehr) abgewo
und in einer Trockenpfanne von Kupfer- oder Eisenblech ein
Temperatur von 100° C. ausgesetzt. Will man die Proben
sonders reinlich halten, so kann man porzellanene Abra
schalen statt der Trockenpfannen anwenden, doch sind sie
den grossen Betrieb im Allgemeinen unnöthig und zu zerbre
lich. Die Trockenpfannen werden auf eine erwärmte Pla
gestellt und die Proben mit einem Spatel oder dergleichen so v
sichtig umgerührt, dass kein Verstäuben stattfinden kann. E
weichen keine Wasserdämpfe mehr — was man durch Üb
halten einer kalten Glasplatte gewahren kann — so wird d
Probiergut gewogen, abermals dem Trockenfeuer ausgesetzt u
wieder gewogen. Stimmen beide Wägungen überein, so ist
Trocknung als vollendet zu betrachten. Hat man sehr v
Nässproben anzufertigen, so kann man über der Platte ein
Briedenfang anlegen oder man muss wenigstens dann für ein
frischen Luftzug im Zimmer sorgen. In einzelnen Fällen ist ei
mässiges Überschreiten der Kochtemperatur des Wassers bei
Trocknen zwar ohne Nachtheil, doch bleibt es im Allgemeine
Regel, die Temperatur nicht höher zu steigern, da man nur da
adhärierende Wasser bestimmen will. Hydratwasser soll nicht
verjagt, etwa mit eingemengtes Holz, Spähne &c. nicht verkoh
werden, noch weniger will man Veränderungen durch eine an-
gehende Glühhitze. Quecksilber, Schwefel, Arsenik &c. sollen nicht
verflüchtigt werden. Aber selbst ohne chemische Einwirkung
kann zu hohe Temperatur beim Trocknen schädlich werden,
weil sich heftig entwickelnde Wasserdämpfe feines Mehl mit auf-
reissen können, oder weil sie ein Decrepitieren hervorruft, durch
welches Theile aus der Pfanne weggeschleudert werden. Um
ganz sicher zu gehen, nehme man das Mittel aus mehreren Näss-
proben, besonders wenn von einem grossen Haufwerk die Nässe
bestimmt werden soll. Es ist klar, dass die Nässprobe sogleich

bei der Anlieferung des Erzes &c. geschehen muss, so wie auch, dass das getrocknete Erz zu wiegen ist, ehe es wieder Feuchtigkeit hat anziehen können. Die Ansammlung eines nassen Probierguts in hölzernen Gefässen ist deshalb zu tadeln, weil ihm das Holz einen Theil der Feuchtigkeit entzieht, Gefässe aus Metallblech sind vorzuziehen.

Auf den Oberharzer Hütten wiegt man nach einem verjüngten Gewichte (1 Centner Nassgewicht = 1 Loth Hannov. Civilgewicht) bei nassen Schliechen 42 Centner (1 Rost) und bei trocknen Schliechen 38 Centner (1 Rost) ab und findet nach dem Trocknen den Nässegehalt in der dort üblichen Schliecheinheit, dem Roste. Man wägt bis auf $\frac{1}{8}$ Centner aus und nimmt $\frac{1}{2}$ Centner Nässe und darüber als einen vollen Centner an, wodurch für die Hütte ein Remedium entsteht; ein Nässegehalt unter $\frac{1}{2}$ Centner wird nicht in Anrechnung gebracht, wodurch der Grube ein Vortheil erwächst.

Auf den Freiberger Hütten ist der Nasscentner = 75 Pramm = 15 Pfundtheilen Landesgewicht und 100theilig. Der Nassgehalt wird bis auf 0,5 Pfund bestimmt.

Zu den Vorarbeiten gehört auch noch eine genaue und sichere Bezeichnung der einzelnen Probeposten.

Sechster Abschnitt.

Gewöhnliche Arbeiten des Probierers.

§. 16. Allgemeines.

Hierher gehören diejenigen Manipulationen, durch welche eine wirkliche chemische Zersetzung oder Veränderung des Probierguts oder einer bereits abgeschiedenen Substanz bezweckt wird, nämlich das Glühen, Rösten, Schmelzen &c.

§. 17. Das Glühen, Brennen oder Calciniren.

Es wird da häufig angewendet, wo man allein durch höhte Temperatur die chemische Zersetzung einer Su

wirken kann, wie durch Austreibung und Bestimmung des Hydrat-wassers eines Körpers, z. B. des Eisenoxydhydrats, Thons, Bor… (in so fern man dessen Wassergehalt finden will), Kieselsch… spaths, Pottasche, Soda u. dgl.; ferner glüht man, um die Koh… säure aus manchen ihrer Verbindungen auszutreiben, z. B. … Spatheisenstein, Kalkspath, Zinkspath &c. Die beim Glühen … zuwendende Temperatur richtet sich lediglich nach dem Zw… und nach der Beschaffenheit der Substanzen. Wird beim Gl… zugleich die Sauerstoffmenge verändert, z. B. beim Spatheis… stein, manchen Manganverbindungen &c., so hat man hierauf … die Gewichtsbestimmung Rücksicht zu nehmen. Zuweilen … man beim Glühen nur eine Oxydation bewirken, z. B. b… Glühen des, bei den Proben auf Kupfer erhaltenen, fein … theilten metallischen Kupfers &c.; in diesem Falle geschieht … Glühen bei freiem Luftzutritte und geht in ein Rösten über. … anderen Fällen will man beim Glühen eine vollständige Verbr… nung erreichen, z. B. Aschenbestimmung bei einem Brennmateria… Höhere Schwefelungsstufen und Arsenverbindungen verlie… durch ein Glühen in verschlossenen Gefässen einen Theil ih… Schwefels und Arsens, worüber bei den betreffenden Pro… das Nähere angegeben werden soll; ein Brennen dieser Art g… in eine Destillation oder Sublimation über. Eben so gut k… man ein Verkohlen oder Vercoken eines Brennmaterials sowo… ein Glühen in verschlossenen Gefässen als eine Destillation n… nen. Mitunter geschieht das Glühen mit einem besonderen Z… satze, z. B. bei den Chromerzproben. Ein Glühen wird auss… dem noch mehrfach angewendet, aber ohne in solchen Fäll… auf den Namen einer Hauptarbeit Anspruch machen zu können, z. B. beim Quarz oder anderen harten Steinen, die man noch glühend im Wasser ablöscht und dieses auch wohl mehrfach wiederholt, bis ein leichteres Zerpulvern dadurch möglich g… worden ist; ferner beim inquartierten Golde, um die Legierung gut zu Blechen austreiben zu können u. dgl.

…ährvorrich-tungen und Gefässe.

Die Gefässe, welche man zum Glühen anwendet, dürfen in der erforderlichen Temperatur weder die geringste Veränderung erleiden, noch auf den zu brennenden Körper einwirken. Letzterer muss sich ohne allen Verlust wieder von ihnen ablösen lassen,

um ihn verwiegen zu können; zerknistert er beim Glühen, so muss das Gefäss wenigstens anfänglich bedeckt sein.

Das Glühen kann in Muffel- und Windöfen oder über Spirituslampen geschehen. Letztere wendet man zuweilen zum Glühen von Niederschlägen in Platin- oder Porzellantiegeln an. Das von dem Niederschlage möglichst getrennte Filter wird entweder mit einem Platindraht spiralförmig umwickelt, in eine Spiritusflamme gehalten, dann verbrannt und die Asche zum Niederschlage gethan oder das locker zusammengefaltete Filter auf den Niederschlag in den Tiegel gelegt, dieser bedeckt über der Berzelius'schen Lampe erhitzt, das Papier verkohlt, der Deckel weggenommen und an den schiefgesetzten Tiegel gelegt, wodurch der Luftzutritt und dadurch das Verbrennen des unverkohlten Papiers befördert wird (Taf. IV. Fig. 101). Zum Wegnehmen der Tiegel dienen eiserne, kupferne oder messingene Tiegelzangen (Taf V. Fig. 103).

Eine grössere Hitze als die Berzelius'sche Lampe gibt eine von Rammelsberg beschriebene Lampe (Taf. IV. Fig. 102) von nachstehender Construction, weil dabei das Niveau des Alkohols stets gleich bleibt, auch derselbe, was ebenfalls ein Vorzug ist, niemals warm wird und zu jeder Zeit erneuert werden kann. a Stativ 16" lang, an welchem sich die horizontale Röhre höher und niedriger stellen lässt; c Messingkasten, in welchen die mit Alkohol gefüllte Flasche d umgestürzt wird; e Dochtcylinder einer Lampe, $2\frac{1}{2}$" hoch mit $\frac{7}{8}$" innerem Durchmesser auf aufgesetztem Schornstein f von $1\frac{7}{8}$" Durchmesser. Der obere Rand des Dochtcylinders muss etwas höher liegen als die Öffnung in dem Deckel der Flasche d, durch welche der Alkohol nachfliesst. Dieser Deckel besteht aus einem Korke b, der auf beiden Seiten mit Messingplatten versehen ist. An die Röhre ist ein gebogener Kupferstreifen n e durch zwei Schrauben befestigt, und durch den unteren horizontalen Theil desselben, sowie durch den Kork und die Platten bewegt sich ein Stab f mit Leichtigkeit, der ein kleines Kegelventil g trägt, durch welches beim Heraufziehen des Stabes die entsprechend geformte Öffnung in der untern Korkplatte verschlossen wird. Die Flasche wird mit Alkohol gefüllt, der Deckel aufgesetzt und der Stab soweit h

gezogen, dass das Ventil jene Öffnung verschliesst. Alsdann kehrt man das Ganze um und steckt es in den Kasten e der Lampe, wodurch der Stab heraufgedrückt wird und der Alkohol in das horizontale Leitungsrohr und den Dochtraum fliesst nach Art der Sturzflaschlampen. Es ist ein besonderer Träger für das zu erhitzenden Gefässe nöthig.

Bei Anwendung der Plattnerschen Spinne [1]) lassen sich mit der Berzeliusschen Lampe sehr hohe Temperaturen hervorbringen. In Taf. V. Fig. 104 ist a eine messingene hohle Kugel mit Messingrohr b, dessen offenes Ende zur Aufnahme eines elastischen Rohres dient, welches aus einem Blasebalg W von etwa einem Zoll Quecksilberpressung herzuführt. Der Wind tritt von der Kugel a aus in die fünf konischen Messingröhren, welche so gebogen sind, dass das gerade auslaufende Ende eines jeden derselben mit der Axenlinie der cylindrischen Dille für den Docht einen Winkel von ungefähr 120 bildet und das Ende selbst von der Aussenseite der Dille nur wenig absteht. Die Öffnungen der Röhren sind so weit, dass man mit einer mässig starken Stricknadel hineinfahren kann; vor dieselben werden, nach Art eines Löthrohrs, Aufsteckspitzen geschoben, deren Öffnungen so weit sind, dass eine Nähnadel in dieselben passt. Die Querstange d e dient durch Aufstellung des Apparates und kann bei f verlängert werden; in der Hülse g dreht sich der ganze Apparat um seine Axe.

Claire Deville [2]) hat eine Lampe zur Erzeugung sehr hoher Temperaturen angegeben, in welcher ein dampfförmig zugeführter Kohlenwasserstoff, z. B. Terpentinöldampf, unter starkem Luftzutritt verbrannt wird. Pet. Hart [3]) lässt in eine Leuchtgasflamme Wasserdampf aufsteigen und bringt bei dieser Einrichtung einen Platintiegel in wenigen Secunden zum Weissglühen.

---

[1]) Pogg. Ann. LXV. 611.

[2]) Pogg. Annal. XCII. 183.

[3]) Erdm., J. f. pr. Ch. LXV. 252.

§. 18. Das Rösten.

Zweck.

Man bezweckt durch diese Operation den Sauerstoff der
ft gleichzeitig mit der Temperatur auf das Probiergut einwir-
n zu lassen, um hierdurch diejenigen Körper zu entfernen,
lche sich durch diese vereinte Wirkung verflüchtigen lassen
d beim weitern Verlaufe der gewählten Probiermethode schäd-
h einwirken würden. Diese Körper sind namentlich: Schwe-
, Selen, Arsen, Kohle, Antimon, Zink &c. Eine unerlässliche
dingung bei dieser Operation ist, ein Schmelzen des Röst-
ts zu vermeiden theils weil hierdurch nur auf der Oberfläche
sselben die gewünschte Wirkung hervorgebracht werden würde,
eils aber weil es unmöglich wäre, das Röstgut von dem
gewandten Gefässe — einem Röstscherben (pag. 73) —
ne Verlust oder schädliche Verunreinigungen wieder abzuneh-
en. Um ein Schmelzen zu vermeiden bringt man das Röstgut
fänglich nur in eine niedrigere Temperatur, bis die Strengflüs-
gkeit desselben nach und nach durch die fortschreitende Ent-
rnung der bei der Röstung entweichenden Körper zunimmt.
e Hitze wird gegen das Ende der Operation so weit verstärkt,
s es die Beschaffenheit des Röstguts zulässt. Die Temperatur
eim Rösten kann nicht bei jedem Röstgute dieselbe sein; Fahl-
z, Bournonit und manche Kupfersteine z. B. vertragen nicht
e Temperatur, welche man bei Kupferkies anwenden darf; sie
chtet sich stets nach dem chemischen Bestande des Röstguts.
ei dem Rösten bildet sich ausser der entweichenden flüchtigen
erbindung noch ein mehr oder minder feuerbeständiges Salz,
. B, wenn eine Schwefelung vorhanden ist, flüchtige schweflige
äure und ein schwefelsaures Salz. Diese feuerbeständigen
alze müssen so weit möglich durch die Röstarbeit zersetzt
erden. Die meisten schwefelsauren Metallsalze zerlegen sich
chon durch genügende Hitze allein (zu den Ausnahmen hier-
on gehört z. B. das schwefelsaure Bleioxyd); bei den arsenig-
auren und arsensauren Salzen ist dieses jedoch nicht der Fall
nd man benutzt desshalb, häufig auch dann, wenn man nur
chwefelsaure Salze erwartet, einen Zusatz von Kohlenstaub,
raphit &c. zum Röstgute, um diese Metallsalze wieder zu re-
ucieren, d. h. in Arsenverbindungen, Schwefelungen &c. umzu-

Vorsichts-massregeln.

Zerlegung feuerbeständiger Salze.

ändern und so die weitere Abscheidung des Arsens, Schwefels &c. durch den Röstprocess möglich zu machen.

Zu sehr schwer röstendem Erze gibt man behuf Zerlegung der gebildeten schwefelsauren Salze einen Zusatz von etwa 40—60 Procent kohlensaurem Ammoniak (pag. 94), indem man das Röstgut damit zusammenreibt und wieder in die rothglühende Muffel bringt. Während der Graphit von oben nach unten langsam verbrennt, verflüchtigt sich bei wieder beginnender Oxydation der Schwefel als schweflige Säure, wozu mehr Zeit erforderlich ist, als bei Anwendung von kohlensaurem Ammoniak, wo die Hitze sogleich einwirkt und die Zersetzung der schwefelsauren Salze von oben nach unten rasch vorwärts schreitet. Dieser in das Röstgut, entweder gleich oder erst gegen das Ende der Operation einzumengende Zusatz von Kohle, etwa 2 Volumtheile Holzkohle oder 25—40 Pfund Graphit oder Unschlitt, muss so oft wiederholt werden, bis keine unzersetzte, feuerbeständige Salze mehr vorhanden sind, welches man im Allgemeinen daran erkennt, dass man nach einem neuen Zusatze von Kohle und nochmaligem kurzen Rösten keine Dämpfe mehr entweichen sieht und gleichzeitig auch die glühende Röstpost keinen Geruch mehr entwickelt. Die Operation des Röstens ist dann beendigt und man setzt das Glühen nur noch so lange fort, bis die zugesetzte Kohle völlig verbrannt ist. Als Resultat der Röstung erhält man die vorher mit Schwefel, Arsen &c. verbundenen Metalle mit Sauerstoff vereinigt, als Oxyde zurück.

Röstvorrichtungen und Apparate.

Röstverfahren.

Das Rösten geschieht, da die Luft zutreten soll, am besten unter der Muffel des Probierofens auf dem Röstscherben. Letzterer wird, um jedes Anhaften des Probierguts an ihm möglichst zu verhüten, vor dem Gebrauche jedesmal mit Kreide, Röthel oder Braunsteinpulver ausgestrichen. Im Allgemeinen muss das Röstgut sehr fein zerrieben sein und wird es von dem Boden des Scherbens nach dem Rande hin mittelst eines Spatels radial in der Weise ausgebreitet, dass dasselbe möglichst locker liegt und sich in der Mitte nur eine dünne Schicht davon befindet. Ein Plattdrücken des Röstgutes ist zu vermeiden. Anfänglich wird der Röstscherben, etwa mit einem zweiten, umgedreht aufgelegten Röstscherben, bedeckt, welches um so nöthiger ist,

s Probiergut zerknisternde Bestandtheile enthält. Später
r Röstscherben offen, nur nach einem Zusatz von Kohlen-
ird er wohl wieder bedeckt unter die Muffel zurückge-
um den Kohlenstaub anhaltender und besser einwirken
n, als wenn man im unbedeckten Scherben der Luft
ieder völlig freien Zutritt gibt, wodurch ein Theil der
chnell und nutzlos verbrennen würde. Ist das Röstgut
chtschmelzend, so wird es anfänglich nur bis zu etwa
ngrösse zerkleint, auch wohl in einem Häufchen auf
erben geschüttet. Nachdem dann Hitze und Luft
lang eingewirkt haben, wird es vom Röstscherben ab-
en und in einem eisernen oder messingenen Mörser fein
en und weiter geröstet. Ein solches Aufreiben ist auch
enn anfänglich die Röstpost etwas gesintert sein sollte,
einem Einmengen von Kohle räthlich. Stark beim
sammengesinterte Proben sind zu verwerfen und müssen
lt werden. Man beginnt das Rösten vorn unter der
endet dann wohl den Scherben nach einiger Zeit um
e, röstet weiter und stellt ihn nach und nach tiefer unter
l. Zuweilen backt das Röstgut so fest zusammen, dass
war leicht zerreiben lässt, aber doch eine locker zu-
ängende Masse bildet, welche man vom Röstscherben
eben und auf ihm umdrehen kann, so dass der Theil,
früher den Scherben berührte, jetzt der Atmosphäre zu-
st (Rösten mit dem Hute). Man zerreibt dann eine
stpost nicht sogleich, sondern erst, nachdem man solche,
geben, umgewandt und nach dem Wenden von neuem
hat.

oft ein Aufreiben erforderlich ist, wie oft man Kohlenstaub
muss, welche Zeit überhaupt zur Röstarbeit nöthig wird,
h ganz nach der Beschaffenheit des Röstguts. Nur bei grosser
amkeit und vollkommen gut geleiteter Temperatur lässt
n Rösten ein mechanischer Verlust vermeiden. Man
öftere Aufreiben im Mörser so weit als möglich zu be-
und rührt in dem zu diesem Zweck aus dem Ofen
nen Scherben das Röstgut behutsam öfter um. Ganz
das Aufreiben der Röstpost jedoch nicht beseitigen, da

auch die kleinsten Theilchen in vollständige Berührung mit der Luft (und der Kohle) kommen müssen, welches ohne ein Anfreiben zu erreichen, deshalb fast nie angeht, weil kleine, mit halbverglasten Oxyden überzogene Kerne von Schwefel- und andern Verbindungen leicht zurückbleiben.

Sind auch die mit dem Schwefel &c. verbundenen Metalle für sich oder als Oxyde flüchtig, wie z. B. beim Bleiglanz, Schwefelantimon u. dgl. der Fall ist, so findet doch stets ein Verlust an diesen Metallen durch Verdampfen und Wegrauchen statt und in diesem Falle können Röstproben auf Genauigkeit keinen Anspruch machen, wenn sie zur dokimastischen Bestimmung solcher Metalle dienen sollen.

Die chemischen Vorgänge beim Rösten von Schwefel-, Antimon- und Arsenmetallen hat Plattner [1]) kennen gelehrt.

§. 19. Das Schmelzen.

Zweck.

Schmelzen heisst durch Wärmestoff flüssig machen. Man bringt mitunter das Probiergut für sich in tropfbar flüssigen Zustand, z. B. um den Grad der Strengflüssigkeit zu untersuchen, eine Legierung inniger und gleichartiger zu machen und dergl. Zuweilen will man auch nur den leichtflüssigsten Bestandtheil eines Probierguts flüssig machen, z. B. bei der Probe auf Schwefelantimon und der Wismuthsaigerprobe. In den bei weitem häufigsten Fällen wird jedoch das Probiergut mit Zuschlägen genau und innig vermengt (welches am besten durch Zusammenreiben in einer Reibschale oder Mengen in einer Mengkapsel und weniger vollständig oder leicht im Schmelzgefässe selbst geschehen kann) zusammen geschmolzen und beide äussern nun fast stets hierbei eine chemische Wirkung auf einander, deren Resultat, je nach den verschiedenen Stoffen, sehr verschieden sein kann. Es können sich bei einem Schmelzen Gasarten entwickeln, für deren Abzug gesorgt sein muss; es kann dabei die Reduction eines oder mehrerer Metalloxyde vor sich gehen, wobei man dann gleichzeitig das oder die ausgeschiedenen Metalle in einen Regulus zu sammeln beabsichtigt; es kann eine Entschwefelung stattfin-

[1]) B. u. H.Ztg. 1855, p. 224.

ue Schwefelungen sich bilden und dergl. Kurz, die vor
melzen starren Körper können, ganz oder nur zum Theil
flüssig geworden, die mannigfachste Wirkung auf einan-
ern. Für die einzelnen Fälle diese Wirkung vorauszu-
e durch zweckmässige Wahl der Zuschläge und passende
ng der Probe richtig einzuleiten und vor sich gehen
, bildet eine äusserst wesentliche Aufgabe der Probier-

Schmelzapparate.

Schmelzen selbst wird in Tiegeln vorgenommen, die
uszuwählen hat, dass sie die Temperatur, welche man
beabsichtigt, vollkommen gut vertragen und auch von
melzgute nicht weiter angegriffen werden, als für das
der Probe unschädlich bleibt. Ob der Tiegel innen mit
skleidung von Kohle zu versehen ist, richtet sich nach
r des beabsichtigten Processes. Gewöhnlich wird dann
ntiegel angewendet, wenn man jede Berührung und Ein-
zwischen Tiegelwand und Schmelzgut vermeiden, auch
ie häufig der Fall ist, durch die Kohlenwände zugleich
uction bewirken will. Eben so ist es von dem beab-
Processe abhängig, ob der Tiegel verschlossen werden
er ohne Deckel gebraucht werden muss. Im letzteren
chieht das Schmelzen unter der Muffel des Pro-
, wo dann der Tiegel durch diese vor jedem Hinein-
emder Körper geschützt ist. Wird der Tiegel zu einem
lzen im Tiegelofen oder vor dem Gebläse mit
eckel versehen, so muss dieser so gut befestigt und lu-
, dass auch jetzt keine Verunreinigung zu dem Schmelz-
ngen kann. Im Allgemeinen setzt man die Tiegel anfänglich
hwächern Hitze aus, welche man nach und nach ver-
ieses ist besonders nöthig, wenn sich Gasarten entwickeln.
hen Fällen geschieht das Anfeuern des Windofens zweck-
von oben. Man hat ferner darauf zu sehen, dass die
Hitze, welche die Proben verlangen, lange genug an
lt die Tiegel nicht grösser, als nöthig ist;
u berücksichtigen hat, ob das Schmel
lt (aufsteigt oder sich aufbläht). Gut
gut im Tiegel beim Einfüllen etwas z

— [redacted] —

Sehr kleine Tiegel, welche im Zugofen oder vor dem Geb einer sehr hohen Temperatur ausgesetzt werden sollen, lu man auf dem Untersatze mit feuerfestem Thon an, damit sie d das Nachgeben und Niedersinken der Kohlen nicht versch oder umgeworfen werden können. Grössere Tiegel trennt v von dem Untersatze durch etwas zwischengestreute Knoch asche &c. Obiges Lutum sowohl, als auch das, mit welch der Deckel auf dem Tiegel befestigt ist, lässt man nicht v vor dem Einsetzen der Tiegel und dem Anfeuern des Ofens g trocken werden, da der Thon wegen der beim Trocknen stehenden Risse sonst leichter abspringt und abblättert, als w er noch feucht war.

In Bezug auf die bei manchen Schmelzprocessen zu g Schlackenbildung erforderliche Zusammensetzung der zu bilden Silicate siehe den Abschnitt über die Schmelzbarkeit verschied Silicate und Hüttenprodukte.

§. 20. Das Abtreiben oder Cupellieren

Silber-btreiben. ist eine Arbeit, welche bei den Proben auf Silber und G sehr häufig vorkommt und bei diesen Proben erörtert werden

§. 21. Das Gaarmachen oder Spleissen

armachen. ist ein dem Abtreiben verwandter Process, welcher bei den Pr auf Kupfer vorkommt und in früherer Zeit häufiger als jetzt geübt wurde. Er wird entweder auf einer Capelle ausgef oder auf flachen thönernen Scherben, Gaar- oder Spl scherben, im Muffelofen bei Weissgluth vorgenommen; er d dazu, die letzten Mengen fremder Bestandtheile von einem wonnenen Kupfer zu entfernen.

§. 22. Das Destillieren und Sublimieren.

gemeines. Dieser Process muss im Allgemeinen als bekannt voraus setzt werden. Wie von ihm für die Anstellung docimastis Proben Gebrauch gemacht wird, ist bei diesen Proben n näher angegeben.

§. 23. Sonstige Operationen

Zu den gewöhnlichen Arbeiten des Probi

ählt werden: das Auflösen, Abdampfen, Niederschla- Chemisch-
, Filtrieren, Aussüssen, Decantieren, Zusammen- analytische
ren der letzten Theile der Niederschläge oder unlöslichen Operationen.
stände mittelst eines kleinen Malerpinsels oder der Fahne
Feder, Verbrennen der Filter und dergl. Sie müssen
als durch ein Studium der allgemeinen unorganischen Chemie
s bekannt vorausgesetzt werden; es mag hier nur in Bezug
e vor einigen Fehlern gewarnt sein, welche sich angehende
rer leicht zu Schulden kommen lassen.

Man vermeide sorgfältig einen unnützen und schädlichen Vorsichts-
chuss der Auflösungs- und Fällungsmittel; abgesehen davon, massregeln.
ein solcher die Operationen unnöthig kostspieliger macht,
gert er auch sehr häufig dieselben und macht die Resul-
adurch unsicher, dass er gewöhnlich später sehr belästigt
edesmal, oft bedeutend, den regelmässigen Gang der
ion stört. Man vermeide unnütze Feuerung und zu hohe
ratur beim Auflösen und Abdampfen; beschleunigt
durch eine zu hohe Temperatur hierbei die Operation nie,
aber werden dadurch mechanische Verluste fast unver-
h, besonders beim Abdampfen.

Man muss es vermeiden, etwas im Glasgefässe zur
e zu dampfen, denn wenn dieses auch häufig gut gelingt,
man doch vor einem Springen des Gefässe nie völlig sicher.
das Eindampfen bis zum Eintrocknen fortgesetzt,
es häufig anzurathen, gegen das Ende des Processes die
fortwährend mit einem Glasstabe umzurühren, weil hier-
am sichersten einem Verspritzen vorgebeugt wird; man
auch oft schon jedes Verspritzen vermeiden, wenn man
das Ende der Operation die Temperatur sehr ermässigt.
an in einer Schale oder in einem Becherglase digerieren,
d dieses mit einem Uhrglase oder abgesprengten Retorten-
&c. bedeckt, damit entweichende Säure &c. sich zum Theil
sieren und in das Gefäss zurückfallen kann. Das Filter
Grösse des Niederschlags, Rückstandes
gemessen, kleiner, als der gebrauchte
. Stel ber dem Trichter hervor,
in vo lben nicht möglich und

man erhält dann stets falsche Resultate. Man benutze nur
der Spitze schräg abgeschnittene Trichter, deren Wände ei
Neigung von 60° gegen einander haben, im Querschnitt also
gleichseitiges Dreieck zeigen, weil nur in diesen sich das Fil
gut und ohne Gefahr des Zerreissens glatt anlegen kann. Be
Filtrieren bestreicht man den Ausguss des Gefässes mit Talg u
lässt die Flüssigkeit an einem Glasstabe auf das Filter lau
Der Trichter mit dem Filter steht in einem geeigneten St
(Taf. V. Fig. 105).

Zum Auswässern des Niederschlags wendet man rei
Regenwasser oder destilliertes Wasser und eine der bekan
Spritzflaschen (Taf. V. Fig. 106) an. Muss das Auswaschen la
Zeit fortgesetzt werden, so bedient man sich dazu der
waschflaschen (Taf. V. Fig. 107). Lässt man die tiefere Mün
a in das voll Wasser erhaltene Filter tauchen, so fliesst
Wasser aus b mit dem Sinken des Niveaus der Flüssigkei
Filter nach, während durch c Luft in die Flasche dringt.

Nichts ist gewöhnlicher, als dass dem ungeübten Probi
die Geduld zum meist ganz unerlässlich nothwendigen vollständ
Aussüssen fehlt. Man darf dasselbe nur als beendigt anse
wenn eine (jedoch nicht zu kleine) geringe Menge des durc
laufenen Aussüsswassers beim Verdampfen in einem Uhrg
auf einer Porzellanplatte, oder am besten auf einem Platinbl
nicht den geringsten sichtbaren Rückstand mehr hinterl
Beim Decantieren versäume man nicht, den Rand des Gl
oder der Schale an der Stelle, wo man ausgiessen will, mi
was Talg zu bestreichen. Ein Filter darf nicht eher verbr
und ein Niederschlag oder Rückstand nicht früher geg
werden, bis er vollständig trocken geworden ist und
nur bei einer allmählig steigenden Temperatur. Es ist gerat
einen getrockneten Niederschlag erst möglichst vollständig
Filter abzunehmen, dann das Filter anzubrennen und nach
es vollständig verkohlt ist, erst höher zu erhitzen und ei
äschern. Der verbliebene Rückstand wird dann zu der grös
Menge des zu glühenden Niederschlags gethan. Als Filterpa
kann man gutes unbedrucktes, ungeleimtes und wenig As
gebendes Druckpapier benutzen (am besten ist das Schwedis

Filterpapier, welches auch die Deutschen chemischen Präparatenhandlungen liefern). Um nicht für jedes Filter die Aschenmenge bestimmen zu müssen, verbrennt man mehrere gemessene Bogen und bestimmt ihre Aschenmenge, später braucht man dann nur den Radius der einzelnen Filter zu messen, um ihre Aschenmenge zu berechnen. Die vollständigste Belehrung über diese Operationen findet man in den pag. 7 angeführten Werken, besonders in dem von Berzelius.

Siebenter Abschnitt.

Aufstellung und Angabe der durch die dokimastischen Proben gefundenen Resultate.

§. 24. Allgemeines.

Allgemeines

Bei einer dokimastischen Probe in ihrer Vollendung genügt es nicht, die Trennung des zu bestimmenden Metalles von den übrigen Bestandtheilen der Probe auf das reinste und vollständigste zu bewirken, sondern es muss die Methode auch in der kürzesten Zeit, bei der grösstmöglichen Anzahl Proben, selbst bei beschränkten Kenntnissen der mit ihrer Ausführung beauftragten Individuen die grösstmögliche Genauigkeit gewähren und, ohne genaue Kenntnisse der Verbindung, mit der man es zu thun hat, allgemein anwendbar sein.

Zuweilen werden von den Probierern auch die massanalytischen, volumetrischen oder Titrierproben angewandt. Dieselben bezwecken die quantitative Bestimmung eines Metalles &c. durch Lösungen, welche ein bestimmtes Quantum Reagens in einem gewissen Volumen enthalten und deren verbrauchte Mengen durch graduierte Bü[illegible]üretten, Tropfier) gemessen werden. V[illegible]n Gehaltes te) an Reagens nennt m[illegible] oder mal-Flüssigkeiten.

Die Vollendung einer [illegible]bare

Erscheinungen zu erkennen, und zwar kann die Reaction [illegible] der Art sein, dass

1. mittelst der titrierten Flüssigkeit der zu untersuchen[illegible] Körper, welcher eine Säure oder eine Basis ist, gerade gesättigt [illegible] (Sättigungsanalysen, anwendbar für Säuren, Pottasch[illegible] Soda &c.);

2. mittelst der titrierten Flüssigkeit der zu bestimmen[illegible] Körper in fester Form niedergeschlagen und die Reaction [illegible] erkannt wird, dass kein Niederschlag mehr entsteht (Fällung[illegible] analysen, z. B. Pelouze's Kupferprobe, Gay-Lussa[illegible] Silberprobe);

3. der zu bestimmende Körper mit Hülfe der Probeflüss[illegible] [illegible] oxydiert oder reduciert wird, wobei das [illegible] Farben oder deren Verschwinden Kriterien für die [illegible] sind. (Oxydations- und Reductionsanalysen, Schwa[illegible] Kupferprobe, Margueritte's Eisenprobe, Manganproben.)

Auch werden in den Bereich der Probierkunst die colo[illegible] metrischen Proben hineingezogen, welche darauf beruh[illegible] dass eine durch die zu ermittelnde Substanz gefärbte Lös[illegible] um so intensiver erscheint, je mehr von ersterer darin enthal[illegible] ist. Stellt man sich alsdann eine Flüssigkeit von bekannt[illegible] Gehalte mit bestimmter Farbenintensität her, so lässt sich du[illegible] Verdünnung der Probeflüssigkeit die Farbenintensität in beid[illegible] Flüssigkeiten gleichstellen. Aus dem gemessenen Volumen [illegible] Probeflüssigkeit und dem Gehalt der Musterflüssigkeit kann [illegible] dann die Quantität des fraglichen Körpers berechnet werd[illegible] (Heine's, Jaquelains, von Huberts und Müllers Kupf[illegible] proben, Herapaths und Ragsky's Eisenproben.)

Zuweilen treibt man durch passende Agentien einen [illegible] standtheil aus der zu untersuchenden Substanz gasförmig [illegible] und berechnet aus dem dadurch entstehenden Verlust den G[illegible] halt des zu ermittelnden Körpers. (Fresenius' und Wil[illegible] Pottaschen-, Soda- und Braunsteinprobe.)

Es kann sehr häufig erwünscht sein, aus der Aufstellu[illegible] eines Resultats nicht nur die schliesslich gefundenen Zahlenv[illegible] hältnisse zu ersehen, sondern auch zugleich die Methode, welc[illegible] bei der Untersuchung befolgt wurde, kurz mit angeführt zu f[illegible]

len. Eine Vergleichung von Aufbereitungsmanipulationen, Hüt-
enprocessen &c. verschiedener Gegenden wird häufig sehr
rschwert und ungenauer, wenn man dabei Resultate dokimasti-
cher Untersuchungen benutzen muss, ohne die Verfahrungs-
weise bei der Probe zu kennen. Eine solche Vergleichung ver-
chiedener Hüttenprocesse wird noch erschwert, wenn der
Probierer, wie es in manchen Gegenden üblich ist, seine Angaben
icht genau so macht, wie er sie durch die Probe gefunden
at, sondern erst nachdem er zuvor einen durch locales Gesetz
der Gewohnheit vorgeschriebenen Abzug oder Zusatz zu denjel-
en gemacht hat. Diese Abänderung gefundener Gehalte, so wie
uch wohl das Nichtangeben der ganzen Quantität eines vorhan-
enen und gefundenen nutzbaren Metalles, das aber als weniger
esentlicher Nebenbestandtheil betrachtet wird, hat gewöhnlich
en Zweck, den Hüttenanlagen eine Vergütung für ihre unvermeid-
chen Metallverluste, ein sogenanntes Remedium, zu gewähren.
s sollen hier nun nicht die Gewohnheiten aufgeführt werden,
elche verschiedene Bergwerksgegenden in dieser Beziehung
üher oder jetzt noch beobachten, sondern der angehende Berg-
nd Hüttenmann nur auf deren Existenz aufmerksam gemacht
erden, um sich für specielle Zwecke genau mit ihnen bekannt
machen, da, sobald man diese Gesetze und Gewohnheiten
nnt, alle Veranlassung zu Irrthümern aus diesem Grunde weg-
llt. Der Probierer, welcher seine Gehaltsangaben, wie gewöhn-
h der Fall ist, nur für solche Personen aufstellt, welche mit
en örtlichen Verhältnissen bekannt sind, muss sich genau
ch diesen Verhältnissen richten. Sobald er jedoch seine
ngaben für ein weiteres Publikum oder allgemein verständ-
h aufstellen will, darf er nur die durch die Proben selbst
fundenen Zahlenverhältnisse nebst kurzen Bemerkungen, welche
n gewählten Untersuchungsweg erkennen lassen, angeben.

Da, wo viele Proben ähnlicher Art gemacht werden müssen,
legt die Gehaltsangabe in vorgerichtete Formulare mit Rubri-
n, welche zur sichern und genauen Bezeichnung der unter-
chten Substanzen dienen, eingetragen zu werden und haftet
nn der Probierer durch seine Unterschrift für die Richtigkeit
iner Angabe. (Die Handelswardeine pflegen den aus unrichti-

gen Angaben etwa erwachsenen Schaden tragen zu müs
Formulare dieser Art sind die sogenannten Wardeinsch
für den Handel mit edlen Metallen bestimmt, und die sogen
ten Probenzettel, welche für die Erzannahme von S
der Hütten dienen. Letztere pflegen dann, ausser den Col
für die einzutragenden Metallgehalte und die gefundene N
auch noch solche für das Trockengewicht der Erzpost, für
Datum der Anlieferung derselben, für den Namen des Eige
mers, der Grube oder des Pochwerks, in dem die Aufbere
geschah, für die Bezeichnung der Schliechsorte u. dergl. zu
halten [1]).

Zu Přibram in Böhmen wird z. B. das Silber und
im Centner Erz nach folgenden Taxen bezahlt:

Silbertaxe.							Bleitaxe.			
½	Loth	mit	—	Gldn.	10	Kr.	5—15	Pfd.	mit	3
¾	„	„	—	„	12	„	16—30	„	„	4
1—1¾	„	„	—	„	30	„	31—45	„	„	4½
2—2¾	„	„	—	„	42	„	46 u. darüber		„	5
3—5¾	„	„	—	„	50	„				
6—8¾	„	„	1	„	—	„				
6—12¾	„	„	1	„	10	„				
13—15¾	„	„	1	„	12	„				
16 u. darüber		„	1	„	15	„				

Zur Ermittelung des Er- und Verkaufswerthes von
hat von Banto allgemeine Formen entwickelt: Österr. Zei
1855, Nr. 38, 39, 42.

Alle dokimastischen Proben müssen wenigstens doppel
gestellt werden, da der Probierer nur durch die Überein
mung der Resultate bei gut gerathenen Proben Gewissheit
deren Richtigkeit erhält. Mitunter ist es gut, eine Substan
zwei verschiedenen Wegen dokimastisch zu untersuchen,

---

[1]) Als Beispiele siehe Regulativ für die Erzannahme bei den Freib
Hüttenwerken im Jahrbuche für den Berg- und Hüttenmann auf
pag. 119. — Wehrle's Probier- und Hüttenkunde Bd. I, pag. 4
69—79 (System in Ungarn und Tyrol). — Schemnitz: K
Jahrb. 1854, pag. 78.

man dadurch nicht selten eine grössere Sicherheit für die Gehaltsangaben gewinnt. Das Resultat der besseren Probiermethode verdient dann zwar stets das grössere Vertrauen, allein das Resultat einer weniger genauen Methode kann mitunter zu einer Bestätigung benutzt werden. Wenn sich Differenzen in den Resultaten der nach den besten Methoden angestellten Proben zeigen, so sind die Resultate zu verwerfen und die Probe muss wiederholt werden. Diese Differenzen können einmal durch die Ungeschicklichkeit des Probierers, ungenügende Apparate, Gefässe und sonstige Hülfsmittel oder einen unglücklichen Zufall, dann durch ein fehlerhaft genommenes oder vorgerichtetes Probiergut oder drittens auch durch die Unvollkommenheit auch dieser Probiermethoden entstehen. Differenzen, welche aus den ersten beiden Gründen entsprungen sind, können leicht durch eine zweckmässigere Wiederholung der Probe oder durch ein genauer und richtiger genommenes Probiergut beseitigt werden; sind sie aber durch den dritten Grund hervorgerufen, so können sie nur durch eine bessere Probiermethode, also einen Fortschritt der Probierkunst, gehoben werden.

Alle bis jetzt bekannt gewordenen Probiermethoden gewähren keine absolute, völlig mathematisch genaue Schärfe und man muss daher bei allen Probiermethoden kleine Differenzen in ihren Resultaten bis zu gewissen Grenzen zulassen. Diese Grenzen sind für die Proben auf verschiedene Körper sehr abweichend. Während sie bei den Proben auf Gold und Silber fast verschwinden (bis etwa $^1/_4$—$^1/_2$ Tausendtheile), betragen sie bei mehreren anderen Metallen ein bis mehrere Procente. Die Untersuchungsmethoden für die Körper, welche einen höheren Handelswerth haben, liefern im Allgemeinen genauere Resultate, als solche für die geringwerthigern Körper; doch finden auch hiervon mehrfache Ausnahmen statt. Zahlen für die Grenzen der Differenzen, welche bei den verschiedenen Untersuchungsmethoden, als aus der Unvollkommenheit derselben entspringend, zu vernachlässigen sind, können nicht füglich angegeben werden, weil dieselbe Methode sehr häufig für ein homogeneres oder für ein anderes, verschieden zusammengesetztes Probiergut sehr abweichende Grenzen der Verlässigkeit und stimmender

Genauigkeit gewährt. Ausserdem muss noch berücksichtig den, dass nach derselben Methode ganz übereinstimmend tene Resultate dennoch mehr oder weniger von der Wa abweichen können.

Die Differenzen der Probenresultate müssen nun abe der definitiven Gehaltsangabe zu einem kaufmännischen technischen Gebrauche völlig ausgeglichen sein, entweder eine Wiederholung der Probe und durch bei gutem Ge derselben erlangte Übereinstimmung der Resultate, oder i man aus Resultaten, die nur innerhalb solcher Grenzen a chen, welche den Umständen gemäss zulässig erscheinen, arithmetische Mittel zieht. In letzterem Falle ist es oft z mässig, ausser dem mittleren Gehalte die einzelnen gefun Gehalte selbst anzugeben. Die für den Handel mit edlen tallen unbeachtet zu lassenden Differenzen liegen noch inne der Schwankungen des Handelscurses. Die bei der Auspri der Münzen zu gestattenden Differenzen sind durch die l gesetze der verschiedenen Staaten bestimmt. Für verschi Bergwerksdistrikte, in denen sehr häufig dieselben Subst von verschiedenen Probierern untersucht werden, gelten schiedene, mehr oder weniger abweichende Gesetze un wohnheiten.

Der Probierer, dessen Gehaltsangaben zunächst best sind, für das tägliche praktische Bedürfnis Hülfe und Nutze gewähren, hat von diesen zum Theil lokalen Verhältnisse genaueste Kenntnis zu nehmen, aber er darf das weitere der Probierkunst, mit der Wahrheit möglichst ge zusammenfallende Resultate zu erreichen, nie den Augen verlieren.

Zweite Abtheilung.

antitative dokimastische Proben.

Erster Abschnitt.

Proben auf Blei.

§. 25. Mängel der trockenen Bleiproben.

Ungenauigkeit der Bleiproben.

Man kennt keine Methode, den ganzen Bleigehalt eines Erzes, Hüttenproductes, Abfalles, Kunstproductes &c. durch eine dokimastische Probe völlig abzuscheiden und mit Schärfe zu bestimmen. Die besten Probiermethoden auf trockenem Wege geben den Bleigehalt schwankend und stets zu niedrig an und zwar in der Art, dass die Gewichtszahl des gefundenen Resultates um $^{3}/_{100}$—$^{12}/_{100}$ zu erhöhen ist, um dem wirklichen Gehalte möglichst nahe zu kommen. Wenn z. B. eine gerathene und bei Wiederholung übereinstimmende Bleiprobe 40 oder 50 Procent Blei in einem Probiergute finden liess, so wird der wahre Bleigehalt desselben meist 44 oder 55 Procent oder mehr betragen. Je ärmer das Probiergut ist, um so mehr scheint verhältnismässig dieser Bleiverlust zu steigen. Da es jedoch an einem sicheren Anhalten für dieses Minderausbringen bei den einzelnen Proben fehlt, so wird bei allen für Bergbau und Hüttenbetrieb bestimmten Proben nie eine Zurechnung gemacht und der Bleigehalt, gewöhnlich nur bis auf volle Procente ausgewogen, genau so angegeben, wie er gefunden wurde.

Ursachen der Ungenauigkeit.

Die Ungenauigkeit der trockenen Bleiproben hat ihren Grund

1. in der Flüchtigkeit des Bleies;

2. in der Anwesenheit von Substanzen, welche sich mit dem Blei legieren. Gold und Silber gehen fast vollständig ins Blei; man bestimmt ihr Gewicht und zieht dasselbe von dem des

erhaltenen Bleiregulus ab, wenn der Gehalt davon 1 Procent und darüber beträgt. — Kupfer wird theilweise reduciert und verunreinigt das Blei um so mehr, je weniger Schwefel vorhanden ist, durch welchen dasselbe in der Schlacke zurückgehalten werden kann. Bei 1—5 Procent Kupfer im Bleiglanz geht dasselbe fast ganz in die Schlacke. Der Kupfergehalt im Bleikorn lässt sich durch ein Gaarmachen desselben nur höchst ungenau ermitteln. — Zink bleibt theilweise beim Blei, besonders bei armen, sehr zinkischen Erzen. — Arsen verbindet sich mit dem Blei und veranlasst durch Bildung eines Schwefelsalzes, $(\dot{P}b, \dot{C}u)^{III}\dot{A}s$, eine Verschlackung des Bleies. Wenngleich Eisen zum Arsen verwandter ist, als Blei, so wird dieses Schwefelsalz von Eisen doch nicht vollständig zerlegt. Zweckmässig werden arsenhaltige Erze vorher geröstet oder bei Mangel an Schwefel in einer bedeckten Tute unter der Muffel schwach geglüht, wobei Arsen wegraucht. — Antimon geht theilweise ins Bleikorn, theils in die Schlacke, wenn gleichzeitig ein vorhandener Schwefelgehalt die Bildung eines Schwefelsalzes begünstigt. Einer theilweisen Entfernung des Antimons durch Rösten setzt meist die Leichtschmelzbarkeit der Antimonverbindungen Hindernisse in den Weg, so dass bei der schwierigen Trennung des Antimons vom Blei nur allein der nasse Weg genauere Resultate liefert. Obgleich in diesem Falle die Harzer Pottaschenprobe besser ist, als die Freiberger Probe mit schwarzem Fluss und Eisen, so lässt erstere doch viel zu wünschen übrig;

3. in dem Vorhandensein von Substanzen, welche das Blei durch Bildung von Schwefelsalzen zur Verschlackung disponieren wie Antimon und Arsen.

Kommen die sub 2 und 3 bezeichneten Substanzen zu gleicher Zeit im Bleierz vor, so lässt sich der trockene Weg gar nicht mehr anwenden, z. B. beim Bournonit, bei Gemengen von Bleiglanz und Fahlerzen.

Trotz dieser Ungenauigkeit sind die bessern Methoden in den bei weiten meisten Fällen doch genügend, den Werth eines Erzes &c. zu bestimmen oder den Hüttenbetrieb zu controlieren, da das Resultat der Proben sich annähernd gleich bleibt.

Mit theilweiser Hülfe des nassen Weges lässt sich mit-

ater ein etwas genaueres Resultat erreichen oder wird noch eine robe auf Blei möglich, wenn der rein trockne Weg aufhört, uch nur annähernd verlässig zu sein. Eine dokimastische Probe anz auf nassem Wege, so etwa, wie wir solche für Kupfer ennen, ist bis jetzt noch nicht aufgefunden. Auch geben die assanalysen oder Titriermethoden[1]) nur bei reinen Subanzen ein einigermassen befriedigendes Resultat. Man wägt abei das ausgebrachte Metall nicht direct, sondern berechnet essen Gehalt aus einer Zersetzung. Dabei können eine Menge nverträglicher Stoffe existieren, welche das Resultat in unrichger Weise ändern, ohne dass man eine Anzeige davon hat.

§. 26. Classification der Bleiproben.

Die Wahl eines Probierverfahre ns für eine bleihaltige Substanz richtet sich meist nach der Qualität und Quantität der damit vorkommenden fremdartigen Körper. Dabei sucht man die Probe im jedesmaligen localen Hüttenprocess möglichst anzupassen. Classification.

s lassen sich die Probiermethoden im Allgemeinen in nachstehende Abtheilungen bringen:

. Erze und Hüttenproducte &c., welche das Blei an Schwefel (oder Selen) gebunden enthalten,

B. Bleiglanz, PbS mit 86,57 Pb, Bleistein, Selenblei, Ofenbrüche &c.

A. Erze &c. mit einem geringen Gehalte an fremden chwefelungen, dagegen mit einem grösseren oder geringeren ehalte an erdigen Substanzen, z. B. reinere Bleiglanzschliche.

1. Schmelzen mit Pottasche (Oberharz).
2. Schmelzen mit schwarzem Fluss oder Pottasche und ehl (Victor-Friedrichshütte am Harz, Holzappel &c.).
3. Schmelzen mit schwarzem Fluss (Pottasche und Mehl der Pottasche und Kohlenstaub) und Eisen (Freiberg, Přibram, Tarnowitz, Verfahren auf hngl. und Franz. Hütten).

---

[1]) Dr. H. Schwarz, praktische Anleitung zu Massanalysen. 1855. — Dr. J. Mohr, Lehrb. d. chem.-analyt. T Braunschweig 1855. — Kerl, Handb. d. metallurg Bd. II. pag. 11.

4. Schmelzen mit Reductions- und Flussmitteln in schw eisernen Tiegeln (Verfahren auf Engl. und Belgischen H zu Stolberg bei Aachen, zu Ramsbeck &c.).

B. Erze &c. mit einem bedeutenden Gehalte an fre Metallschwefelungen (Zinkblende, Schwefelkies, K kies &c.) oder Antimon- und Arsenmetallen und mit oder weniger erdigen Substanzen.

1. Rösten und Schmelzen mit Reductions- und Fluss (Verfahren am Communion-Unterharze).

2. Aufschliessen mit Schwefelsäure und Schmelzen d bildeten schwefelsauren Bleioxyds mit Reductions- und Entsch lungsmitteln.

C. Bleiarme Substanzen mit einem bedeutenden G an erdigen Körpern, z. B. Aufbereitungsabgänge, Fluthaft

1. Schmelzen mit Entschwefelungs- und Flussmitteln einer abgewogenen Silbermenge.

2. Rivot's Schmelzmethode mit kräftigen Solvierungsm und Eisen.

3. Indirectes Verfahren durch Rechnung.

II. Oxydierte Erze und Producte.

A. Das Bleioxyd ist an fixe Mineralsäuren (Schwefe Chromsäure, Phosphorsäure, Arsensäure &c.) gebunden, Bleivitriol, Grünbleierz, Gelbbleierz &c.

1. Schmelzen mit Reductionsmitteln (schwarzem oder Pottasche und Mehl, oder Pottasche und Kohlen z. B. Grünbleierz, Gelbbleierz, Chlorblei &c.

2. Schmelzen mit Reductionsmitteln und Eisen, z. B vitriol, arsensaures und arsenigsaures Bleioxyd &c.

B. Das Bleioxyd ist frei oder an Kieselsäure, Kohle oder eine organische Säure gebunden.

1. Schmelzen mit Reductionsmitteln (schwarzem Flus Pottasche und Mehl, oder Pottasche und Kohle &c.), z. B glätte, Abstrich, Weissbleierz &c.

2. Schmelzen mit Reductions- und Solvierungsmitteln (Glas &c.), z. B. Herd, Bleischlacken &c.

III. Bleilegierungen.

Probe mit Schwefelsäure.

Erstes Kapitel.

Probierverfahren für Erze und Hüttenproducte, welche das Blei an Schwefel (oder Selen) gebunden enthalten.

A. Erze und Hüttenproducte mit einem geringen Gehalte an fremden Schwefelungen und einem grösseren oder geringeren Gehalte an erdigen Beimengungen.

§. 27. Schmelzen mit kohlensaurem Kali (Pottasche).

Verfahren.

Von dem sehr fein geriebenen Probiergute wird (auf den Oberharzer Hütten) 1 Centner abgewogen, mit dem 3—4fachen Gewichte gereinigter, trockener und feingepulverter Pottasche vermengt und in einem kleinen Thontiegel [1]) (Taf. III. Fig. 66 a) mit einer fast 1/4 Zoll hohen Lage abgeknisterten Kochsalzes bedeckt. Die so vorgerichteten Proben werden in die völlig geheitzte Muffel eines grossen scharf ziehenden Probierofens (Taf. I. Fig. 16, 17) gestellt. Bei mit abgeäthmeten Kohlen dicht zugelegtem Muffelloche bleiben sie in der höchsten Temperatur des Ofens, bis sie in dünnen Fluss gekommen sind (nach 20—30 Minuten). Die Zugöffnungen werden sodann sämmtlich geschlossen und die Muffel geöffnet, bis die Temperatur so weit herabgesunken ist, dass die Tiegel braunroth aussehen und der Blei haltende Dampf über ihnen sich sehr vermindert hat oder verschwunden ist. In dieser Hitze werden die Tiegel, deren Inhalt jedoch stets

---

[1]) Es kostet dem metallurgischen Laboratorium zu Clausthal 1 Schock kleine Bleitiegel (Taf. III. Fig. 66 a) 5 Ggr.; 1 Schock grosse Bleitiegel (Taf. III. Fig. 66 b) 8 Ggr.; 1 Schock Ansiedescherben (Taf. III. Fig. 63) 2 Ggr. 6 Pf. Sämmtliche Materialien werden aus Goslar bezogen; die Muffeln dagegen, welche feuerfester sein müssen, aus Uslar (pag. 72). Es kostet 1 grosse Muffel 6 Ggr. 6 Pfg.; 1 mittlere M. 5 Ggr. 4 Pf. und eine kleine M. 3 Ggr.; 1 Muffelblatt zu grossen und mittleren Muffeln 2 Ggr. 2 Pf. und für kleine 1 Ggr. 6 Pf.

dünnflüssig bleiben muss, je nach der Schmelzbarkeit der Beimengungen des Probierguts und dem Zuge des Ofens längere oder kürzere Zeit (10—25, gewöhnlich 10 Minuten) gehalten. Man hat diese Periode, während der man kalt gehen lässt, das Abdampfen oder Kaltgehen der Proben genannt.

Der Ofen wird nun wieder auf seine anfängliche Temperatur gebracht, indem die Zugöffnungen ganz geöffnet und die Muffel geschlossen wird. 10—15 Minuten dieses Heissthuns reichen in den meisten Fällen hin; nur arme Erze &c., welche dabei eine grössere Menge von Arsen oder von Schwefelungen des Eisens, Zinks und Kupfers enthalten, lässt man wohl 5—10 Min. länger heiss gehen.

Hat man viele Proben anzufertigen, so ist es gerathen diejenigen, welche grössere Mengen fremder Schwefelungen enthalten oder durch ihren Erdengehalt strengflüssiger sind, mit etwas Borax zu beschicken oder ohne solchen in den heisseren hinteren Theil der Muffel, die sehr bleireichen und sonst leicht schmelzenden dagegen vorn in die Muffel zu bringen, da letztere hier genügend heiss gehen und mehr von der Luft als die tiefer stehenden Proben getroffen werden.

Die erkalteten Tiegel werden zerschlagen, die gewonnenen Bleikönige von jeder etwa anhaftenden Schlacke oder Tiegelmasse gereinigt und, war die Probe sonst gerathen, ihr Gewicht bestimmt.

Man darf die Proben nicht zu rasch abkühlen, weil die Schlacke dabei leicht springt und der darunter befindliche, noch halbflüssige König in mehrere Stücke zerrissen wird.

Bei einer gut gerathenen Probe ist das Blei zu einem Korn zusammengeschmolzen, verhält sich gegen Hammer und Messer wie reines Blei und besitzt auch dessen Farbe. Zeigen die Schlacken an ihrer Ablösungsfläche vom Metallkorne bleigraue metallisch glänzende Stellen, so pflegt sich auch gleichzeitig um das Korn eine dünne Lage nicht völlig zersetzten glänzenden Schwefel- oder Unterschwefelbleies gelegt zu haben, die, wenn diese Erscheinung in hohem Grade eintritt, sich in feinen Schüppchen abreiben oder wegnehmen lässt. Das Bleikorn selbst zeigt dann auf der Oberfläche einen starken Metallglanz, der nicht d

Bleifarbe, sondern einen dunkleren schwärzlichen Ton hat. n dieser Art sind zu verwerfen, sie haben nicht lange ge- abgedampft oder sind dabei zu kalt geworden; sie geben eigehalt zu niedrig an und zwar oft sehr bedeutend. Bei n, welche in der letzten Schmelzhitze zu lange im Ofen den haben, findet sich auch wohl ein sehr blankes Bleikorn; fehlt aber die Lage von unzersetztem Schwefelblei und länzenden Stellen an der das Korn umgebenden Oberfläche chlacken. Währt die Einwirkung der Hitze und der Luft nge, so kann, ausser Verlust durch Bleiverflüchtigung, eine hlackung von Bleioxyd möglich werden. Ein sprödes, im e blättriges und glänzendes weisses Korn deutet auf Mangel uss oder einen Antimon- und Arsengehalt. Bei gerathenen n pflegt das Bleikorn ein, wenn auch nicht mattes, doch nicht stark glänzendes, bläuliches Ansehen zu haben. Die cke muss völlig gleichartig sein und sich gleichmässig den Boden des Tiegels hin gesenkt haben, so dass sie nicht rker Lage an den obern Seitenwänden des Tiegels anklebt; eweist hierdurch, dass sie in gehörigem Flusse gewesen ist. uss das Bleikorn in (etwa $\frac{1}{4}$ Zoll dicker) starker Lage über- haben. Die Kochsalzdecke oder eine jetzt entstandene, oder weniger gefärbte, Kochsalz und kohlensaures Kali ent- nde Schlacke überlagert in noch stärkerer Schicht die ei- che dunkelgefärbte, die fremden Metalloxyde enthaltende cke. Eine poröse, Metallkörner enthaltende Schlacke deutet ine geringe Flussmenge oder eine zu niedrige Temperatur; glasige glänzende Schlacke auf zu hohe Temperatur und erschlackung. Probe und Gegenprobe müssen ausserdem en Gehalt angeben.

Bleistein, Krätzschliech und Bleirauch schmilzt man usatz von etwas Borax und Kohlenstaub mit Pottasche und bei ersterem die Hitze etwas länger (an $\frac{3}{4}$ Stunden) dauern, bei Erzen. Bei seinem nicht unbedeutenden Bleigehalt Procent und darüber) gibt die Pottaschenprobe für den Blei- eben noch zufriedenstellende Resultate. Gewöhnlich werden teine geröstet und nach §. 32 probiert.

Theorie. Die Theorie dieser Bleiprobe mag aus Folgendem erhellen

Wird völlig reiner Bleiglanz mit dem 3—4fachen seines Ge
wichts guter trockener Pottasche genau vermengt, in eine thönern
Retorte gebracht und diese in die Muffel des Probierofens so ein
gesetzt, dass ihr Hals aus dem Muffelloche vorragt, während m
der Halsmündung ein Glasrohr genau verbunden ist, welches
einen Vorstoss geht, aus dem es durch ein zweites Rohr weit
geleitet wird, so bemerkt man, dass sich anfänglich nur etwa
Wasser in dem Vorstoss ansammelt, von dem stets vorhandenen
geringen Feuchtigkeitsgehalte der Pottasche herrührend; spät
bei eintretender Rothgluth in der Retorte, entwickelt sich ein Ga
welches sich bei näherer Untersuchung als reines Kohlensäure
gas, namentlich frei von schwefliger Säure, zeigt. (Prüfungsmittel
Mangel des Geruchs, Durchleiten des Gases durch eine mit etwa
Schwefelsäure roth gemachte Auflösung von mangansaurem Ka
durch Kalk- und Barytwasser und durch eine Auflösung von Ä
kali und weitere Untersuchung der gewonnenen Salzlösung). D
Gasentwicklung wird bei stärkerer Rothgluth heftiger, ohne in
weichend zusammengesetzte Gase zu liefern, hört aber nach e
niger Zeit wieder auf. Man kann, um der völligen Zersetzu
sicher zu sein, die Retorte eine Stunde lange in stärkster Ro
gluth halten. Nach dem Erkalten und Zerschlagen derselb
findet sich im Halse der Retorte etwas reines und kohlensaur
Bleioxyd abgelagert, dann ein reiner Bleikönig auf dem Bod
und über demselben eine braune Schlacke, frei von kleinen Bl
körnern. Sie besteht dem bei weiten grössten Theile nach a
Schwefelkalium nnd noch unzersetzter Pottasche, dann aus etw
kieselsaurem Kali, von aus der Retorte aufgenommener Kieseler
herrührend. Wird diese Schlacke mit Wasser behandelt, l
sich nichts mehr auflöst, so kann man in der Lösung leicht d
eben genannten Stoffe nachweisen. Die Auflösung ist farbl
und scheidet mit Säuren übersättigt unter Entwickelung v
Schwefelwasserstoff keinen Schwefel ab. Bei der Behandlun
der Schlacke mit Wasser bleibt in schwarzen Flocken
blei zurück, dessen äussere Beschaffenheit
nicht unzersetzter Bleiglanz, sondern aus
bindung abgeschiedenes Schwefelblei ist.

ird die braune Schlacke aus der Retorte in unbedeckte Tiegel gefüllt und unter die heisse Muffel des Probierofens gebracht und geschmolzen, so hat sich nach einiger Zeit, hlacke mag mit einer Kochsalzdecke versehen gewesen der nicht, am Boden der Tiegel von neuem ein Bleikorn chieden und die braune Schlacke zeigt sich nun entfärbt. man die Tiegel zu früh wieder aus dem Ofen, so ist nur bere Lage der Schlacke entfärbt und die untere tiefer lie- noch völlig unverändert. Die entfärbte Schlacke besteht aus kohlensaurem Kali aus schwefelsaurem Kali und ent- eine Spur Schwefelkalium mehr.

ei der oben beschriebenen Bleiprobe geht nun bei der an- h starken Hitze der Process wie in der Retorte vor sich, das Kali des kohlensauren Kalis verwandelt sich in Kalium, es seinen Sauerstoff an den Schwefel des Bleiglanzes und damit Schwefelsäure bildet; das frei gewordene m entzieht einem anderen Theile Bleiglanz Schwefel, in- sich Schwefelkalium bildet. Der Bleiglanz würde nun auf doppelte Art bald seinen ganzen Schwefelgehalt verlieren, sich nicht eine Verbindung, ein Schwefelsalz von Schwe- ium mit Schwefelblei, bildete, welches aller ferneren Ein- ung des kohlensauren Kalis widersteht ($4\ [KO, CO^2] + Pb\,S = 4\,Pb + 3\,[KS, Pb\,S] + KO, SO^3 + 4\,CO^2$). Die nsäure des so zur Zersetzung kommenden kohlensauren entweicht mit der durch die gebildete Schwefelsäure ent- lten Kohlensäure gemeinschaftlich, sie verursacht ein Auf- n der Masse, wodurch auch bereits ausgeschiedene Blei- chen mit gehoben werden und vielleicht mit etwas Schlacke n oberen Tiegelwänden haften bleiben könnten. Sie würden xydieren und gelbe Flecke veranlassen. Bleiverluste auf oder ähnliche Art zu verhüten, ist die Kochsalzdecke be- t, welche gewissermassen zum Abspülen der Tiegelwände

er atmosphärische Sauerstoff wird nun durch die Kochsalz- n offenen Tiegeln nicht völlig abgeschlossen. Beim xydiert derselbe das in derSchlacke enthaltene nter Bildung von schwelsaurem Kali und ei-

nem Theil schwefelsaurem Bleioxyd. Dieses wirkt bei dem letzt Heissthun in der Weise zerlegend auf das noch in der Schlac enthaltene Schwefelblei ein, dass sich metallisches Blei erzeu (Pb S + Pb O, SO^3 = 2 Pb + 2 SO^2). Aus der hierbei dü flüssig gewordenen Schlacke scheiden sich die reducierten Ble theilchen gut ab. Steine muss man länger kalt gehen lass als Erze.

Beurtheilung dieser Proben.

Die Pottaschenprobe setzt im Allgemeinen eine gros Übung und Aufmerksamkeit des Probierers voraus und es ist auch wenn man ohne vergeblichen Vorversuch sogleich und oh nöthige Wiederholung der Probe den richtigen Gehalt finden wi eine allgemeine Kenntnis von den Nebenbestandtheilen des Pro bierguts, so weit sie z. B. durch mineralogische Hulfsmittel z erreichen ist, erforderlich. Zum Gelingen der wenig Vorbereitun erfordernden Proben nach dieser Methode, welche nur im Muffe ofen, aber dann in grösserer Anzahl (bis 50 auf einmal) angestel werden können, ist es unumgänglich erforderlich, dass das Ab dampfen der Proben zu rechter Zeit und in dem gehörigen Grad vorgenommen und wieder unterbrochen werde. Lässt man d lange kalt gehen, so wird im Verhältnis zu dem in der Schlacke noch vorhandenen Schwefelblei zu viel schwefelsaures Bleioxy gebildet und es entsteht durch Einwirkung beider auf einande beim letzten Heissthun leicht verschlackbares Bleioxyd (Pb + 3 Pb O, SO^3 = 4 Pb O + 4 SO^2). Wird das Abdampfen z früh unterbrochen, so wird nur wenig Schwefelblei des Schwefe salzes oxydiert und bei Einwirkung des Oxydierten auf d Schwefelblei entsteht Unterschwefelblei, welches entweder i der Schlacke bleibt, oder sich ans Bleikorn anlegt (2 Pb S + Pb SO^3 = Pb^2 S + 2 Pb + 2 SO^2). Die Erfahrung gibt hierfür alle Mittel an die Hand, lässt aber leicht im Stiche, so dass der Au fall der Probe misslicher wird, als bei einigen der im Nac stehenden beschriebenen Probiermethoden.

Bei einem Antimongehalte des Probiergutes verdie diese Probe den Vorzug vor den übrigen, indem der grösste Th des Antimons im geschwefelten und oxydierten Zustande in d Schlacke bleibt. Ein Salpeterzusatz wirkt förderlich. — Arse und Schwefelarsen rauchen während des Schmelzens grösste

s weg, veranlassen jedoch stets die Bildung eines spröden llkornes. Schwefelkupfer bleibt zum grossen Theil in Schlacke, ein Theil des Kupfers wird aber entschwefelt und ins Blei. Ist der Kupfergehalt sehr bedeutend, so kann man als Schwarzkupfer zu betrachtende Metallkorn gaarmachen den dabei stattfindenden Verlust als Blei in Anrechnung gen.

Einfach Schwefeleisen, welches z. B. in Bleisteinen vormt, wird von Pottasche unter Bildung von metallischem Eisen, ches den Bleiglanz entschwefelt, zerlegt; Schwefelkies dan gibt zur Bildung einer bedeutenden Menge Schwefelkalium in Folge dessen von Schwefelsalz Veranlassung.

Wie aus Vorstehendem hervorgeht, eignen sich Erze, welche fremde Schwefelungen enthalten, nicht für dieses Probierfahren, indem sie die Erzeugung einer grossen Menge Schwefelum, welches stets Schwefelblei zurückhält, veranlassen. Durch en Salpeterzusatz zur Pottasche lassen sich zwar die Schwefagen theilweise zersetzen, allein es findet auch leicht eine ydation des Bleies und wegen der stürmischen Einwirkung Salpeters mechanischer Verlust statt.

Bredberg hat bei seinen vergleichenden Versuchen über verschiedenen Probiermethoden auf Blei die Methode, das robe mit kohlensaurem Kali (Pottasche) und Kochsalz zu schmel, als die unanwendbarste von allen erkannt [1]). Derselbe s jedoch die Theorie dieser Methode nicht gekannt haben, weil seine Proben im Tiegelofen, also ohne Luftzutritt geschmolzen und dass er nun bei seinen Versuchen den Bleigehalt viel zu drig finden musste, erklärt sich nach dem Obigen von selbst. e Ansicht in Bezug auf diese Methode musste also irrig aus- en und es mag dies hier noch deshalb angeführt werden, l manches Urtheil gegen diese Probiermethode aus einem chen oder ähnlichen Irrthume entsprungen ist.

Aus reinem Bleiglanz bringt man durch die Pottaschenprobe ns 80 Procent Blei aus. Calcinierte Soda steht der Pott- als Entschwefelungsmittel nach und liefert immer einige

1) Erdmanns Journ. f. ökon u. techn. Chemie. XII. 185.

Procent Blei weniger, als erstere. Nach Phillipps[1]) bringt m mit Soda aus einem Bleiglanz 75—77 Procent Blei aus. M Cyankalium lässt sich unter Umständen dasselbe Resultat e reichen, als mit Pottasche, dasselbe verlangt auch nur ein niedrige und weniger lang anhaltende Temperatur, bietet jedoch keine wesentlichen Vorzüge vor der Pottasche. Ein Zusatz vo 30—35 Procent Salpeter zu dem 10fachen der Probe Soda b fördert zwar die Entschwefelung des Bleies, vermehrt aber de Bleiverlust.

Auf den Oberharzer Hütten wird das Bleikorn bis a Pfunde ausgewogen und es ist den verschiedenen Probierern ei Differenz von 5 Pfund gestattet. Auch pflegt man wohl, was ab nicht richtig ist, so viel Pfund Differenz anzunehmen, als in de gefundenen Gewicht des Bleikönigs Zehner enthalten sind. B einem Bleigehalt von 30 und 70 Pfund würde also die Differe der einzelnen Proben resp. 3 und 7 Pfund betragen können.

§. 28. Schmelzen mit schwarzem Fluss.

Theorie. Eine zuweilen angewandte Modification der vorigen Probi methode besteht darin, statt der Pottasche eine gleiche Men schwarzen Fluss, auch wohl rohen Weinstein anzuwenden, od auch der Pottasche einige Procente Kohlenstaub oder Mehl e zumengen, oder sie theilweise durch rohen Weinstein zu ersetz Ein zu grosser Kohlenzusatz vermindert die Schmelzbarkeit d Masse und setzt dem Zusammenfliessen der ausgeschiedenen Bl theilchen Hindernisse entgegen. Bei Anwendung von Weinste rahm dauert die Operation länger, weil die Masse so lan dickflüssig bleibt, bis der grösste Theil der Weinsteinsäure z setzt ist. Man erhält aber ein grösseres Ausbringen. Der c mische Vorgang während der Operation ist dadurch modifici dass auch die Kohle des schwarzen Flusses auf das Kali fluiert und solches theilweise in Kalium umändert; das hierdu frei gewordene Kalium wirkt nun wie früher auf den Bleiglanz Dieser wird hierdurch, ohne dass die Luft influiert, vollständig als durch Pottasche allein zerlegt, weshalb man wohl die Schmelz

[1]) Phillipps, a manual of metallurgy. New-York. 1852. pag. 227

bei bedeckten Tiegeln (Taf. III. Fig. 67) im Windofen vorommt. Da sich aber auch hierbei Schwefelkalium bildet und dieses Schwefelblei auflöst, so ist es zur möglichst vollständigen Abscheidung des Bleies gerathener, die Schmelzung in offenen Tiegeln (Taf. III. Fig. 66 a, 67) unter der Muffel vorzunehmen, um den Sauerstoff der Luft gleichzeitig mit auf die Proben einwirken zu lassen. Das Bleiausbringen aus reinem Bleiglanz übersteigt 76—79 Procent gewöhnlich nicht.

Zur Victor-Friedrichshütte am Harze wird 1 Centner 114 Pfund Bleiglanz mit dem 3—4fachen schwarzem Fluss und bei kiesigen Erzen noch mit 10 Pfund Boraxglas gemengt, mit Kochsalz bedeckt, etwa 25 Minuten im Muffelofen mit Steinkohlenfeuerung heissgethan und nachdem sodann die Muffelmündung etwa 5 Minuten geöffnet, aus dem Ofen genommen. Verfahren zu Victor-Friedrichshütte.

29. Schmelzen bei Zusatz von metallischem Eisen mit Pottasche, Soda oder schwarzem Fluss.

Von reinen Bleierzen wird ein Probiercentner zu unterst in eine Bleitute (Taf. III. Fig. 67) gethan, darauf je nach der Reichhaltigkeit des Erzes an Blei 10—30 Pfund starker Eisendraht (pag. 126), darauf etwa 3 Centner schwarzer Fluss (aus $2\frac{1}{2}$ Weinstein und 1 Salpeter bereitet) oder 2—$2\frac{1}{2}$ Centner eines Gemenges von Pottasche und Weizen- oder Roggenmehl (in dem Verhältnis von 100:15 bis 20) und zu oberst eine Kochsalzdecke gegeben, auf die noch ein Stückchen Kohle (pag. 93) kommt. Enthält das Erz basische Gangarten oder viel Quarz, so wird noch Borax (bis 40 Procent) hinzugefügt; Schwerspath und Flussspath schmelzen ohne denselben. Erze, welche grössere Mengen Schwefel- oder Arsenmetalle (Schwefelkies, Kupferkies, Arsenkies, Blende &c.) enthalten, werden zuvor auf einem mit Röthel oder Kreide ausgestrichenen Röstscherben (Taf. III. Fig. 64) schwach geröstet oder in einer bedeckten Bleitute mässig geglüht, dann wie oben bei Zuschlag von etwas Borax und weniger Eisen beschickt. Ist viel Borax (25—40 Procent) erforderlich, so bringt man denselben wegen des Aufblähens auf den schwarzen Fluss, bei weniger (10—15 Procent) Borax gleich auf das Erz. Das Schmelzen geschieht entweder im Windofen Verfahren.

(pag. 39) oder unter der Muffel. In ersterem Falle setzt man die mit einem Deckel versehenen Bleituten auf Käse, gibt Kohlen auf und lässt diese von oben nach unten sich entzünden. Nachdem dieselben niedergegangen (nach $^3/_4$—$^5/_4$ Stunden), werden die Proben herausgenommen. Bei Benutzung eines Muffelofens legt man vor die Tuten bis etwa zu ihrer Mitte hinauf glühende Kohlen und schmilzt etwa $^1/_2$ Stunde nach dem Abflammen bei starker Rothglühhitze. Die entschlackten, vom Eisen möglichst getrennten Bleikönige werden zur Entfernung von anhaftendem Schwefeleisen dünn ausgeplattet, dann zusammengerollt und gewogen.

In der vorstehenden Weise werden diese Proben in Freiberg[1]) ausgeführt. Man wiegt daselbst bis aus 1 Pfund aus und gibt den Gehalt von 5 zu 5 Pfund durch alle Gehaltsstufen an.

Zu Přibram wird bei glanzigen Erzen $^1/_2$ Probiercenter (5 Gramm) mit 115—120 Pfund schwarzem Fluss (2 Weinstein und 1 Salpeter), 10—12 Pfund Borax und 18—20 Pfund Eisendraht beschickt; von blendigen Erzen nimmt man auf $^1/_2$ Centner 200 Pfund schwarzen Fluss, 10—12 Pfund Borax und 20—25 Pfund Eisendraht. Unter das als Decke dienende Kochsalz mischt man 2—3 Procent Salpeter, um dasselbe leichtflüssiger zu machen und das sich verflüchtigende Blei durch Oxydation zurückzuhalten.

Theorie. Diese Probiermethode beruhet darauf, dass Bleiglanz beim Schmelzen mit metallischem Eisen an dieses seinen ganzen Schwefelgehalt abgibt, indem sich metallisches Blei bildet und ein Gemenge verschiedener Schwefelungsstuffen des Eisens (Fe S und Fe^2S) sich erzeugt. 100 Theile Bleiglanz, welche 13,45 Schwefel und 86,55 Blei enthalten, verlangen zu ihrer vollständigen Zersetzung, unter der Voraussetzung, dass sich nur die Eisenschwefelung Fe, welche in 100 Theilen aus 37,23 Schwefel und 62,77 Eisen besteht, bilde, 22,67 Theile metallisches Eisen. Der angegebene Eisenzusatz bleibt daher völlig genügend, wenn man auch darauf rechnet, dass ein Theil des Eisens durch fremde, im Probiergut enthaltene Körper, na-

[1]) Jahrb. f. d. Berg- u. Hüttenm. Freiberg 1855, pag. 127.

entlich durch Schwefelkies, Arsen, Schwefelantimon &c. in Anruch genommen wird.

Blei legiert sich bei dieser Probe, wird dieselbe keiner nöthig starken Hitze ausgesetzt, zwar nicht mit dem Eisen, er man darf das Eisen nicht als Feilspähne anwenden, da an sich sonst der Gefahr einer mechanischen Verunreinigung es Bleikorns durch fein vertheiltes Eisen aussetzen würde, der auch weil kleine Bleikörnchen in dem durch zu starken satz von fein vertheiltem Eisen strengflüssiger gewordenen eine (Schwefeleisen &c.) zurückgehalten werden könnten. Was ei der Anwendung von Eisendraht durch die Probe nicht von isen verbraucht ist, findet sich als zusammenhängendes Stück ieder.

Das kohlensaure Alkali des schwarzen Flusses, obgleich es er vorzugsweise nur der Schlackenbildung wegen in Anwenung gebracht wird, erleichtert auch die Zersetzung des Bleianzes, indem es auf ihn noch auf die bereits erörterte Art ersetzend einwirkt. Das hierdurch erzeugte Schwefelkaum braucht jedoch nicht durch den atmosphärischen Sauerstoff zerlegt zu werden, damit es das von ihm aufgelöste Schwefelblei wieder abgibt, da auch dieses Schwefelblei durch das Eisen erlegt wird. Deshalb kann diese Bleiprobe auch in mit Deckeln eschlossenen Tiegeln im Tiegelofen angestellt werden, da den ich anfänglich entwickelnden Gasarten leicht durch das leichte utum des Deckels ein Abzug bleibt.

Bei Anwendung von schwarzem Flusse wirkt die Kohle desselben ebenfalls auf die bereits früher angegebene Art; as frei gewordene Kalium kann aber leicht Veranlassung werden, dass das durch die Probe gewonnene Blei etwas Kalium altend ausfällt. Der Kohlenstoff des schwarzen Flusses verhindert eine Oxydation des Bleies.

Die Probe ist als gerathen anzusehen, wenn Probe und Gegenprobe stimmen, das Blei zu einem Korne zusammengeflossen ist und weder in dem das Bleikorn umgebenden Steine Schwefeleisen und ausserdem sonst im Probiergute enthalten gewesene und nicht zersetzte Schwefelungen oder Arsenverbindungen), noch am zurückgebliebenen Eisendrahte, was bei

zu geringer oder zu kurzer Hitze wohl der Fall ist, kleine kügelchen haften, auch ausserdem die Schlacke zeigt, da in genügend dünnem Flusse gewesen ist.

Beurtheilung dieses Probierverfahrens.

Dieses Probierverfahren liefert einige (bis 8 Procent mehr als die Pottaschenprobe, weil der Rückhalt an geschwe oder oxydiertem Blei in der Schlacke durch die Anwesenh Eisens und der Kohle vermindert wird. Aus Bleiglanz m Procent Blei bringt man 84,85 Procent aus; bei unreineren kann jedoch der Bleiverlust auf 10 Procent und mehr s Die Wartung des Feuers, mag man im Windofen oder Muf arbeiten, ist sehr einfach und ein Misrathen der Proben, bei völliger Unkenntnis der Nebenbestandtheile des Probie weit seltener als bei der Pottaschenprobe. Diese Probe hat dem den Vortheil, dass sie sich im Wind- und Muffelofen an lässt, aber man kann wegen der grösseren Geräumigk Schmelztiegel nicht so viele Proben auf einmal einsetzen, der Pottaschenprobe.

Als Übelstände bei dieser Probe sind hervorzuheben man leicht ein Kalium enthaltendes Bleikorn bekömmt, dass Bleikügelchen an dem Eisendraht gern haften bleiben u einem Gehalt des Probiergutes an Antimon, Arsen und die Metalle durch das Eisen zum grossen Theil ausgesc und in das Bleikorn geführt werden. Bei einem Antimong der Erze verfährt man in Freiberg wohl so, dass ma selbe mit schwarzem Fluss und Kohle ohne Eisen auf ei monhaltiges Bleikorn verschmilzt und ein erfahrungsm Remedium von 10—15 Procent abzieht. Bei zinkischen wenn sie vorher etwas geröstet oder mit einem starken Z von schwarzem Fluss und etwas Borax versehen sind, gib Probierverfahren genügende Resultate.

Man findet in verschiedenen Ländern nachstehende cationen dieses Probierverfahrens:

Modificationen dieses Probierverfahrens.

1. Eine, jedoch nicht zu empfehlende, Modification darin, statt des metallischen Eisens oxydiertes Eisen, etwa hammerschlag, zuzusetzen. Hierbei wird dann stets sch Fluss als Zuschlag gewählt. Die Kohle desselben reduci oxydierte Eisen, worauf dieses wie früher einwirkt. Dies

ation trifft jedoch einmal, was gegen die Anwendung von Eisen-spähnen (pag. 179) gesagt wurde, dann kann sie noch, wird wenig Hammerschlag zugesetzt, dadurch Irrungen veranlassen, as bei abgehaltenem Luftzutritt nicht alles Schwefelblei zer-zt ist.

2. Man schmilzt Beiglanz mit 30 Procent Eisen (kleinen geln, Eisendrahtstückchen &c.) bei einer Decke von Soda, chsalz oder Borax in starker Rothgluth und bringt dabei nach Phillipps [1]) bis 78 Procent, nach Berthier 72—79 Procent s aus.

3. Die Französischen Dokimasten [2]) wenden zur Zerlegung s Bleiglanzes Soda, Salpeter, Borax und Eisen an, welches letztere Gestalt eines Hufeisens aus Eisenblech so lange in der ge-amolzenen Masse bewegt wird, bis sich keine Bleikügelchen hr daran ansetzen (Rivots Verfahren). Es werden aus reinem eiglanz 82—84 Procent Blei ausgebracht.

4. Overmann [3]) empfiehlt 1 Theil Bleiglanz mit 1 Theil lpeter, 2 Theilen rohem Weinstein und etwas Soda und $\frac{1}{5}$ s Erzes Eisenfeile bei einer Kochsalzdecke in einem kupfernen iegel zu schmelzen, wobei meist nur 5 Procent, selten über Procent Bleiverlust entstehen. Das Chlor im Kochsalze soll r Verschlackung des Eisens, Kupfers &c. beitragen.

30. Schmelzen mit Fluss- und Reductionsmitteln in schmiedeeisernen Tiegeln.

Verfahren.

Auf den Boden eines etwa 3″ hohen und 2—2½″ weiten hmiedeeisernen Tiegels, der vorher rothglühend gemacht ist d die Form einer Eisentute ohne Fuss (Taf. III. Fig. 69, 70) ben kann, thut man 12—25 Gr. (4—8 Ctnr.) Flussmittel (Pottasche, da oder 2 Salpeter, 3 Weinstein und 1 Borax), darauf 25—50 Gr. —16 Probiercentner und mehr) Probegut, bedeckt dasselbe mit er Lage Glaspulver oder Seesalz und setzt den bedeckten

---

[1]) Phillipps, a manual of metallurgy. London 1852, pag. 473.

[2]) Ibid., pag. 475.

[3]) Overmann, a treatise on metallurgy. New-York 1852, p. 227.

Tiegel einer etwa ¼stündigen starken Hitze zwischen Holzko
oder Cokes in einem Windofen aus. Nachdem vollstän
Schmelzung eingetreten, entleert man den Inhalt des Tiegels
ein Giessblech oder in eine konische Form mit der Vors
dass die Schlacke möglichst im Tiegel zurückbleibt, was
durch Vorhalten eines Holzspahnes begünstigt. Die Schl
wird mit Pottasche nochmals 10—15 Minuten geschmolzen,
der Inhalt des Tiegels ausgegossen und dieser noch meh
male, zuweilen 12—15mal, benutzt.

Dieses Verfahren gibt, namentlich bei Anwendung gröss
Mengen Probegut, gute Resultate in Bezug auf das Bleiausbri
(bis 84 Procent aus reinem Bleiglanze) und Zeitaufwand,
es können gleichzeitig nicht viele Proben angestellt werden.

B. Erze und Hüttenproducte mit einem bedeuten
Gehalte an fremden Schwefelungen (Zinkblen
Schwefelkies, Kupferkies &c.), oder Arsen und An
monverbindungen (Arsenkies, Bournonit &c.) u
mit einem grösseren oder geringeren Gehalt
an Erden.

§. 31. Allgemeines.

Auswahl eines Verfahrens.

Für derartige Substanzen (z. B. arme Bleisteine) eignen sich
unter A beschriebenen Probiermethoden nicht, indem die Probe ei
seits durch die anwesenden Schwefelungen weit strengflüssiger
und eine höhere und anhaltendere Temperatur verlangt, damit
geringe ausgeschiedene Bleimenge gut zu einem Korne zus
menfliesst; andererseits verhindert die Verwandtschaft
Schwefelbleies und des gebildeten Schwefelkaliums zu di
Schwefelungen die Zersetzung des ersteren und zwar um so m
licher, je überwiegender letztere vorhanden sind. Durch
Eisenzusatz könnte man den Rückhalt an Schwefelblei zerle
allein es werden durch dasselbe auch die andern Schwefelu
theilweise zersetzt und deren Radikale gehen ins Blei.

Für Substanzen von dieser Beschaffenheit eignet sich
stprobe und die Probe mit Schwefelsäure.

§. 32. Röstreductionsprobe.

Verfahren.

ieses Verfahren ist unter anderem auf den Communion- rharzischen Hütten in Anwendung, wo man Bleierze ver- lzt, welche Schwefelungen (Kupferkies, Schwefelkies, lende), sowie Antimon- und Arsenverbindungen nebst Erden , Quarz, Kalkspath, Thonschiefer) in so bedeutenden Mengen lten, dass die im Grossen bereits 3mal gerösteten Erze nur Bleigehalt von 6—8 Procent besitzen.

Zwei Probiercentner Erz, Bleistein &c. werden in einem mit e ausgestrichenen Röstscherben unter der Muffel anfangs chwacher Rothgluth erhitzt, nach 10—15 Minuten aus dem genommen, dann wieder 10—15 Minuten unter öfterem ehen des Scherbens bei mässiger Temperatur (mit dem geröstet. Dann nimmt man die Proben abermals aus dem lässt sie erkalten, reibt sie im Achatmörser auf und röstet r ½ Stunde, worauf sie aus dem Ofen genommen, in noch ndem Zustande mit Unschlitt versehen und wieder in starke luth gebracht werden. Das Aufreiben und Abbrennen mit lit wird noch mehrmals wiederholt und nachdem die Proben 2 Stunden fortwährend einer starken Rothgluth bei fast völliger ssung der Muffelmündung ausgesetzt worden, so wird, wenn eine schwefligsauren Dämpfe mehr entwickeln, die Röstung als igt angesehen. Dieselbe dauert 6—12 Stunden. Das Röstgut lsdann auf der Waage getheilt, jeder Theil mit dem 3—4fachen rzen Fluss, dem gleichen Gewichte Borax und Glas gemengt, in eitute (Taf. III. Fig. 67 oder 68) gethan, mit Kochsalz bedeckt, mit Kohlenstückchen und einem Deckel versehen und im Windofen, m die Flamme durchgeschlagen, etwa ¼ Stunde geschmolzen. rathene Proben geben nahe gleiche, geschmeidige Könige daran befindlichen Stein und eine schwarze, gleichmässig ene Schlacke.

Theorie.

urch das Rösten bezweckt man die Schwefel-, Arsen- und nmetalle in Oxyde überzuführen. Da sich aber auch hier- hwefelsaure, antimonsaure und arsensaure Salze erzeugen, ht man dieselben durch wiederholtes Abbrennen mit Un- (siehe oben), statt eines Einmengens von Kohlenstaub oder

Graphit, zu zerstören. Durch Schmelzen des Röstgutes mit der Beschickung bei einer nicht zu hohen Temperatur wird das Bleioxyd reduciert und die im Röstgute enthaltenen fremden Oxyde und Erden werden unter Beihülfe des Kalis im schwarzen Fluss sowie des Borax und Glases, verschlackt. Sollten im Röstgute noch schwefelsaure Salze oder Schwefelungen zurückgeblieben sein, so werden sie durch Einwirkung der Oxyde, namentlich des Eisenoxyds beim Schmelzen noch theilweise entschwefelt. Ein Zusatz von metallischem Eisen würde in dieser Beziehung förderlich sein.

Beurtheilung dieser Probe. Die Röstung ist ein zeitraubender und nicht unbedeutende Bleiverluste herbeiführender Process. Geschieht dieselbe nicht vollständig, so werden beim reducierenden Schmelzen Schwefelsalze gebildet, die immer Blei zurückhalten, auch wohl ein bleihaltiger Stein, welcher das Bleikorn umgibt. Bei Anwendung einer zu hohen Temperatur beim Schmelzen reduciert sich — was übrigens auch bei richtig geleiteter Temperatur nicht ganz zu vermeiden ist — ein grosser Theil der fremden Oxyde und es findet dann eine Verunreinigung des Bleies statt.

Bleiglanz schmilzt bei Luftabschluss, jedoch weniger leicht als metallisches Blei, ist aber viel flüchtiger als dieses und zersetzt sich dabei in eine höhere flüchtige und eine niedrigere, im Rückstande bleibende Schwefelung, Pb^2S. Beim Rösten gibt Bleiglanz ein Gemenge von Bleioxyd und schwefelsaurem Bleioxyd, aus welchem letzteren die Schwefelsäure selbst bei Schmelztemperatur nicht ausgeschieden werden kann. Der Bleivitriol wird in der Hitze weich, schmilzt in starker Weissgluth und wird von Kohle, je nach deren Menge und der angewandten Temperatur unter nicht unbedeutendem Bleiverlust durch Verflüchtigung, Bleioxyd, metallisches Blei oder Unterschwefelblei verwandelt. Mit Bleioxyd schmilzt Bleivitriol leicht zusammen.

§. 33. Probe mit Schwefelsäure.

Verfahren[1]). Das möglichst fein geriebene Probiergut, von dem dir passend 2 oder mehrere Probiercentner zu einer Probe ab

[1]) Bergwerksfreund III. 49.

werden, wird mit seiner 4—8fachen Gewichtsmenge Engl-
elsäure gekocht, bis alles zersetzt ist. In einer Porzellanschale
ddann unter einem gut ziehenden Schlote alle überschüssige
elsäure verdampft und die Masse zur Trockne gebracht. Ko-
Schwefelsäure zersetzt die Schwefelungen, indem sie Eisen,
Nickel, Zink &c. in Salze verwandelt, welche sich leicht
ser lösen, und verändert dabei gleichzeitig das Schwefel-
schwefelsaures Bleioxyd um, welches im Wasser, namentlich
ten und dabei freie Schwefelsäure enthaltenden, so gut
nlöslich ist. Man beschleunigt die Zerlegung des Erzes
dadurch, dass man dasselbe anfangs mit Salpetersäure oder
wasser erhitzt und dann bei Zusatz von etwas Schwefel-
zur Trockne dampft. Die trockene und kalt gewordene
wird mit einer kleinen Menge Schwefelsäure befeuchtet
t kaltem Wasser vollständig mit Hülfe eines kleinen Maler-
auf ein kleines Filter gebracht und so lange mit kaltem
ausgewaschen, bis dieses ungefärbt abläuft. Unnöthig
Auswaschen wird vermieden, weil schwefelsaures Blei-
icht durchaus unlöslich ist. Das Filter nebst Inhalt wird
hter so weit getrocknet, dass es ohne zu zerreissen aus
m leicht weggenommen werden kann. Man legt es nun
in den Thontiegel, in welchem nachher das schwefel-
Bleioxyd reduciert werden soll, und stellt diesen in sehr
Stubenofenwärme. (Man kann zuvor auf den Boden des
etwas Pottasche schütten.) Ist es ausgetrocknet, so wird
gel bei aufgelegtem Deckel in sehr gelinde Hitze gebracht,
das Filter verkohlt, welches, da die freie Schwefelsäure
anz weggelaugt wird, sehr schnell geschieht. Mit einem
Stäbchen wird nun das Filter zerrührt, schwarzer Fluss oder
he mit Kohlenstaub nebst Eisen in den Tiegel gefüllt und mit
hwefelsauren Bleioxyde und dem sonst ungelöst gebliebenen
nde genau vermengt. Man nimmt etwa das 4—5fache
des gesammten Rückstandes an schwarzem Fluss und
elt die Probe weiter wie es in der folgenden Abtheilung
Probierung des schwefelsauren Bleioxyds angegeben ist.
f diese Art wird der Bleigehalt concentriert und die frem-
hwefelungen, welche oben als Grund des Mislingens der

Proben in solchen Fällen angegeben wurden, vollständig beseitigt. Das nun auf diese Art gewonnene Resultat ist genügend und verdient dasselbe Vertrauen, wie ein unter günstigen Verhältnissen bei einem mittleren und hohen Bleigehalte durch die gewöhnliche Bleiprobe gewonnenes.

C. Bleiarme Substanzen mit einem bedeutenden Gehalte an erdigen Körpern (Aufbereitungsabgänge, Fluthafter &c.).

§. 34. Schmelzen mit Flussmitteln und einer abgewogenen Silbermenge.

Verfahren. Man beschickt die Probe wie gewöhnlich mit Pottasche oder schwarzem Fluss und setzt 30—50 Pfund genau abgewogenes brandfeines Silber in feinzertheiltem Zustande hinzu. Beim Schmelzen trägt das Silber zur besseren Vereinigung und Ansammlung der ausgeschiedenen Bleikügelchen bei. Vom gefundenen Gesammtgewichte wird dann das zugesetzte Silbergewicht abgezogen. Bei Anwesenheit von Antimon, Arsen &c. gibt dieses Probierverfahren keine zuverlässigen Resultate.

§. 35. Schmelzen mit Solvierungsmitteln und Eisen.

Verfahren. Nach Rivot werden 100 Gr. (etwa 30 Probierctnr.) Probemehl mit 100—150 Gr. Ätznatron und 150—250 Gr. calcinierter Soda (je nach der vorhandenen Menge Erden) gemengt, in einen Schmelztiegel gethan und in das Gemenge ein hufeisenförmig gebogenes Eisenblech von 1″ Breite und 1½‴ Dicke so eingesteckt, dass dasselbe mit seinen beiden Enden auf dem Boden des Schmelztiegels aufsteht, der gekrümmte Theil aber frei hervorragt. Der mit einigen groben Kohlen bedeckte Tiegel wird so in einen Windofen gesetzt, dass er sich etwa nur 2″ unter dessen Mündung befindet und dann bei aufgesetztem Dome langsam erhitzt. Ist die Masse nach 15—20 Minuten in Fluss gekommen, so rührt man sie mit dem Eisen beständig um und zieht dieses von Zeit zu Zeit heraus, um zu beobachten, ob noch kleine Bleikügelchen daran haften. Ist dieses nicht mehr oder nur unmerklich der

ll, so ist der Process beendigt, der Tiegel wird aus dem Ofen nommen und entweder sein Inhalt ausgegossen oder derselbe ch dem Erkalten zerschlagen.

§. 36. Indirectes Verfahren durch Rechnung.

Verfahre

Man berechnet den Bleigehalt von Fluthaftern wohl auf die eise, dass man denselben bei bekanntem Silber- und Bleigehalte s Schlieches, von welchem der After erfolgte, proportional inem Silbergehalte, der sich hinreichend genau finden lässt, nimmt. Enthielt z. B. ein Bleiglanzschliech 60 Pfund Blei und Loth Silber im Centner und der davon erfolgte After $\frac{1}{16}$ Loth lber, so würde dessen Bleigehalt $\frac{60}{16 \cdot 5} = 0{,}75$ Pfund betragen.

Zweites Kapitel.

Erze, Hüttenproducte &c., welche das Blei als Oxyd enthalten.

A. Das Bleioxyd ist an fixe Mineralsäuren gebunden.

§. 37. Schmelzen mit Reductionsmitteln.

Verfahr

Ein Centner des Probierguts wird mit dem 3—4fachen seines ewichts viel Kohle haltenden schwarzen Flusses oder mit einem esem gleichwirkenden Gemenge von eben so viel Pottasche nd 20—30 Pfund Kohlenstaub oder von Pottasche und Weinstein der Mehl genau vermengt und in einem Thontiegel geschmolzen, achdem man die Mengung vorher noch im Tiegel mit einer tarken Lage von Kochsalz, Pottasche oder schwarzem Fluss berdeckt hat.

Diesem Verfahren unterwirft man solche Substanzen (z. B. rün-, Gelb-, Rothbleierz), deren Säuren sich direct oder ch theilweiser Reduction mit dem Alkali verbinden, während reigewordene Bleioxyd sich reduciert. Wolframsäure, Mosäure und Phosphorsäure werden gar nicht reduciert bei der vendenden Temperatur; die Chromsäure dagegen geht in oxyd über, welches in der Schlacke suspendiert bleibt.

Enthält das Probiergut viel erdige Beimengungen, kann ein Zusatz von Borax oder Glas erforderlich werden.

Man hat bei dem Schmelzen dahin zu sehen, dass die Te peratur nicht zu schnell steigt, weil sich, sobald die Masse fängt weich zu werden, sehr reichlich Gase entwickeln und starkes Aufsteigen im Tiegel veranlassen. Dieses ist überhau bei allen Bleiproben der Fall, bei denen der Flusszusatz Kohle e hält. Man nennt diese Erscheinung wohl das Flammen d Proben, weil das aus der Masse entweichende Kohlenoxydga und Kohlenwasserstoffgas sich bei offenen Tiegeln über denselbe entzündet und mit Flamme brennt. Erst wenn dieses Aufschäume etwas nachgelassen hat, darf man die Hitze verstärken.

In Bezug auf die Dauer der Schmelzung, auf die Kennzei chen einer gerathenen Probe &c. gilt auch hier, was für di Substanzen der ersten Abtheilung angeführt wurde.

§. 38. Schmelzen mit Reductionsmitteln und Eisen.

Verfahren. Ist das Bleioxyd an Schwefelsäure, arsenige Säure ode Arsensäure gebunden (z. B. im Bleivitriol, geröstetem Bleiglanz und Bleistein, Krätz und Geschur, Bleirauch Schlacken mit schwefelsaurem Bleioxyd &c.), so gibt man zu Beschickung ausser 3—4 Theilen schwarzem Fluss noch eine Zusatz von 10—30 Procent Eisen, um die beim reducierende Schmelzen gebildeten Schwefel- und Arsenmetalle zu zerlegen Das freigemachte Arsen und Antimon raucht zum Theil weg, zu Theil geht es in den Bleikönig. Bei Anwesenheit von schwefelsaure Bleioxyd kann man die Proben auch, statt eines Eisenzusatze nach dem Schmelzen einige Zeit kalt gehen lassen (pag. 170).

B. Das Bleioxyd ist frei oder an Kieselsäure, Kohle säure oder eine organische Säure gebunden.

§. 39. Schmelzen mit Reductionsmitteln.

Verfahren. Das von strengflüssigen Substanzen freie Probiergut wi mit dem 3—4fachen Gewichte viel Kohle haltenden schwarz Flusses oder mit einem diesem gleichwirkenden Gemenge v

ttasche und Mehl oder Kohlenstaub unter einer starken Kochsalz- der Pottaschendecke in Thontiegeln geschmolzen. Ob dieses chmelzen bei offenen oder bedeckten Tiegeln geschieht, ist gleich- ültig, da kein Luftzutritt nöthig ist, nur muss auf das Flammen er Proben Rücksicht genommen werden.

Wird ein Schwefelgehalt im Probiergut (z. B. im Abstrich) rmuthet, so kann man einen Zusatz von 5—10 Pfund Eisen ben. Gewöhnlich genügt im Windofen eine Schmelzzeit von —15 Minuten nach dem Durchschlagen der Flamme und unter r Muffel etwa ½ Stunde nach dem Abflammen.

Kohlensaures Bleioxyd verliert durch die Hitze allein ne Kohlensäure, eben so wird Essigsäure oder sonst eine ganische Säure durch die Hitze allein zersetzt; vorhandene ieselsäure wird an das Kali des Flusses gebunden, so dass i den Substanzen dieser Klasse eine einfache, durch den Koh- nstoff des Zuschlags bewirkte Reduction eintritt.

Glätte, Abzug, Abstrich &c. sind meist bei einer ässigen Rothgluth (etwa vorn in der Muffel) schon in einer lben Stunde vollständig reduciert und der Bleigehalt zu einem rne zusammengeschmolzen. Eine höhere oder länger anhaltende tze würde nur eine Bleiverflüchtigung veranlassen.

Die Schlacke muss in dünnen Fluss kommen und da dieses nz besonders von der Beschaffenheit der Nebenbestandtheile s Probierguts abhängt, so hat man danach bei dem Schmelzen e Höhe der Hitze und ihre Dauer zu ermässigen.

40. Schmelzen mit Reductions- und Solvierungsmitteln.

Verfahren.

Bleioxydverbindungen, welche strengflüssige Beimengungen halten (z. B. Bleischlacken, Herd &c.), werden ausser schwarzem Fluss noch mit Auflösungsmitteln (Borax, Glas) zum gleichen Gewichte (gewöhnlich nur mit 20—40 Procent) rsetzt und bis zum Eintritt eines vollständig dünnen Flusses i strengflüssigen Schlacken wohl 1½—2 Stunden in heftiger thgluth oder, angehender Weissglühhitze) im Ofen gelassen. hwefelhaltigen Schlacken gibt man einen Zusatz von 5—10

Pfund Eisen (Freiberg), oder röstet sie vorher etwas a (Unterharz).

Bei armen Schlacken &c. werden häufig 2 Probiercentn zu einer Probe genommen; auch kann hier mitunter der Z schlag einer gewogenen Menge reinen Silbers zur besse Ansammlung des wenigen sich ausscheidenden Bleies v Nutzen sein.

In Freiberg beschickt man Schlacken, in denen sich no ¼—½ Procent Blei nachweisen lässt, mit schwarzem Flu 20—40 Procent Borax und 5—10 Pfund Eisen unter Zufügung ein gewogenen Menge Silber. Bei sehr reichen Schlacken gibt m noch einen Zusatz von Kohlenstaub. — Zu Přibram beschickt m ½ Centner (5 Gramm) Schlacken mit 200 Pfund schwarzem Flu 25 Pfund Borax und 7 Pfund Weinstein; auf den Oberharz Hütten 2 Centner Schlacken mit Pottasche, Kohlenstaub und etw (25—30 Pfund) Borax und schmilzt nach dem Abflammen no 1½ Stunden unter der Muffel. Auf den Unterharzer Hütt werden 2 Centner Erzschlacken ähnlich wie die Bleierze (pag. 183 nur ohne Abbrennen mit Unschlitt, 6—8 Stunden geröstet, da getheilt und jeder Theil mit dem 3—4fachen Gewicht schwarz Fluss und dem gleichen Gewicht Borax und Glas im Windof nach dem Durchschlagen der Flamme ¼—½ Stunde geschmolze Unter der Muffel lässt man die Proben nach dem Abflamme ¾ Stunden schmelzen und vor dem Herausnehmen 5 Minut lang kalt gehen. — Auf den Unterharzer Hütten schmilzt m die Oberharzer Schlacken mit schwarzem Fluss, Glas und Bor bei einer Kochsalzdecke nach dem Verpuffen ½ Stunde unter d Muffel, lässt 5 Minuten kalt gehen und nimmt heraus. Im Win ofen lässt man die Proben noch 13—15 Minuten, nachdem d Flamme durchgeschlagen ist.

Je geringer der Bleigehalt einer zu untersuchenden Subst ist, um so weniger zuverlässig ist im Allgemeinen das Resu der Probe. Genaue Angaben stehen dann nur durch ein ana tisches Verfahren zu erreichen, bei dem man, wenn es nur all auf die Bleibestimmung ankömmt, oft noch ziemlich schnell z le gelangt.

Das bei diesem reducierenden Schmelzen gewonnene

usser etwa einer höchst geringen und deshalb zu vernach-
enden Menge Kalium, rein, wenn nicht im Probiergute leicht
ierbare fremde Metalloxyde, namentlich die des Kupfers,
ons, Zinns, Wismuths, enthalten waren. Sind dagegen
eichen Oxyde vorhanden, so wird das Blei durch die ent-
henden Metalle mehr oder weniger verunreinigt sein. Man
dann deren Menge im ausgeschiedenen Bleie durch einen
deren Versuch bstimmen und vom Gewichte der Legierung
bzug bringen, um das des reinen Bleies zu erfahren.

Ist Antimon im Bleie, so behandelt man dieses mit reiner
ig starker Salpetersäure, bis vollständige Zersetzung einge-
n ist, raucht in einer Porzellanschale die überschüssige Säure
nd bringt das ausgeschiedene Antimonoxyd auf ein getrock-
s und gewogenes Filter, indem man das salpetersaure Blei-
l mit heissem destilliertem oder Regenwasser vollständig
augt. Das Filter wird nebst Inhalt bei 100° C. vollständig
ocknet und aus dem Gewichte, nach Abzug des Filterge-
hts, der Gehalt an Antimon berechnet.

100 Antimonoxyd = 84,3 Antimon.

Gehalt an Kupfer, Zinn oder Wismuth steht auf die Art zu
tteln, wie es bei den Proben auf diese Metalle angegeben ist.
Bei einem Gehalte an Gold oder Silber ist das pag. 165
gebene zu beachten.

Drittes Kapitel.

Bleilegierungen.

§. 41. Schwefelsäureprobe.

Man kennt keine dokimastische Probe, um aus ihnen den Verfahren.
halt isoliert darzustellen. In einzelnen Fällen kann man
ein brauchbares Resultat erlangen, wenn man die Menge
fetalles (z. B. des Kupfers durch Gaarmachen) bestimmt,
em das Blei verbunden ist und dann dessen Menge abzieht.
Methode wird aber gewöhnlich um so unzuverlässiger, je
er der Bleigehalt ist oder wenn das Blei mit mehreren

Metallen legiert ist, so dass man dann oft nur mit theilweiser oder völliger Zuhülfenahme des nassen Weges den Bleigehalt ermitteln kann.

Es eignet sich für manche Producte (z. B. Werkblei, Hartblei, Kiehnstöcke, Darrlinge &c.) die pag. 184 beschriebene Probe mit Schwefelsäure. 1 Probircentner derselben wird mittelst Salpetersäure oder Königswasser aufgelöst, die Lösung mit etwas Schwefelsäure zur Trockene gedampft und mit der trockenen Masse, wie oben angegeben, verfahren. Besteht der Rückstand nur aus schwefelsaurem Bleioxyd, so kann man denselben auf ein gewogenes Filter bringen und aus dessen Gewichtszunahme nach dem Trocknen den Bleigehalt berechnen. 100 Theile schwefelsaures Bleioxyd enthalten 68,33 Theile Blei.

Zweiter Abschnitt.

Proben auf Kupfer.

§. 42. Classification der Kupferproben.

Allgemeines. Für kein Metall besitzt die Probierkunst so mannigfaltige, theils unter sich mehr oder weniger ähnliche, theils auf verschiedenen Principien beruhende Untersuchungsmethoden als für das Kupfer. Das verschiedene auf Kupfer zu untersuchende Probiergut ist sehr häufig ausserordentlich abweichend zusammengesetzt. Da nun das Kupfer durch keine besonders hervorragende und unterscheidende chemische Eigenschaften ausgezeichnet ist, so sind vorzugsweise durch obigen Umstand, sowie durch den Handelswerth des Kupfers, ausser durch Gewohnheit und Localität, die verschiedenen Probiermethoden hervorgerufen.

Proben auf trockenem Wege. Einzelne Methoden auf trockenem Wege geben für bestimmte, wenig compliciert zusammengesetzte Substanzen, welche z. B. ein sich mehr oder weniger gleichbleibender Bergbau und Hüttenbetrieb liefert, brauchbare und verlässige Resultate, hören

aber oft auf überhaupt nur anwendbar zu sein für andere, abweichend zusammengesetzte oder kupferarme Substanzen.

Im Allgemeinen sind die Methoden auf nassem Wege vorzuziehen, da sie in den meisten Fällen anwendbar bleiben und bei mannigfach wechselnder Beschaffenheit des Probierguts noch genügend verlässige Resultate liefern. Sie verlangen aber im Allgemeinen eine genauere Bekanntschaft mit den chemischen Manipulationen und Reactionen, während die trockenen Proben mehr Geschicklichkeit als Wissenschaft erfordern. Proben auf nassem Wege

Die in den Künsten und im gemeinen Leben gebräuchlichen Kupferlegierungen geben bei der dokimastischen Untersuchung auf nassem Wege im Allgemeinen richtige Resultate, die in den meisten Fällen mit gutem Nutzen gebraucht werden können, an Genauigkeit einer analytischen Untersuchung aber zuweilen nachstehen; so wie denn überhaupt der Kupfergehalt in Erzen und Hüttenproducten in manchen Fällen nur durch die Analyse mit grösserer Schärfe ermittelt werden kann.

Die Kupferproben lassen sich in folgender Weise classificieren: Classificatio

A. Proben auf trockenem Wege.

Geschwefelte Erze oder Producte mit oder ohne einen Gehalt an Selen, Antimon oder Arsen.

A. Proben für reichere Erze und Producte. (Kupferglanz Cu^2S mit 79,7 Cu; Kupferkies Cu^2S, Fe^2S^3 mit 34,4 Cu; Buntkupfererz 3 Cu^2S, Fe^2S^3 mit 55,7 Cu; Fahlerz 4 (Cu^2S, FeS, ZnS, AgS, HgS), (SbS^3, AsS^3, Bi^2 mit 30—18 Cu; Kupferindig CuS mit 66,7 Cu; Kupferantimonglanz Cu^2S, SbS^3 mit 24,9 Cu; Condurrit Cu^6As mit 71,6 Cu; Kupferstein, Kupferspeise &c.)

1. Deutsche Kupferprobe. Rösten, Schmelzen auf Schwarzkupfer, Gaarmachen des Schwarzkupfers auf der Capelle oder auf dem Scherben.

2. Englische Kupferprobe. Schmelzen des ungerösteten Erzes auf einen Stein, Rösten und Schmelzen des Steines auf Schwarzkupfer, Gaarschmelzen des Schwarzkupfers und Reduction der dabei fallenden Schlacken.

3. Plattner's Kupferprobe. Bildung von Ar kupfer und Gaarmachen desselben.

B. Proben für ärmere Erze und Producte.

1. Verschmelzen des Erzes &c. auf Rohstein und wei Behandlung desselben nach I. A.

2. Verschmelzen des gerösteten Erzes mit Ansammlu mitteln für das Kupfer (Blei, Antimon oder Arsen) und G machen des Schwarzkupfers.

II. Oxydierte Erze und Producte.

(Rothkupfererz Cu^2O mit 88,7 Cu; Malachit 2 CuO, + HO mit 57,3 Cu; Lasur 2 CuO, CO^2 + CuO, HO mit Cu; Kupfervitriol CuO, SO^3 + 5 HO mit 25,3 Cu; ph phorsaures Kupferoxyd mit 30–56 Cu; arsensau Kupferoxyd mit 25—50 Cu; chromsaures, vana saures und kieselsaures Kupferoxyd; Schlack Darrschlacke, Pickschiefer &c.)

1. Reducierendes und solvierendes Schmel mit oder ohne Ansammlungsmittel (Antimon, Arsen, Blei) für Kupfer, nachdem nöthigenfalls (z. B. bei Kupfervitriol, a saurem Kupferoxyd) eine Röstung mit Kohlenstaub, Graphit kohlensaurem Ammoniak vorgenommen worden.

2. Concentrationschmelzen mit Schwefelkies auf e Stein, welcher geröstet und mit oder ohne Ansammlungsm für das Kupfer auf Schwarzkupfer verschmolzen wird.

III. Kupferlegierungen.

Gaarmachen mit Blei auf der Capelle oder mit Borax dem Scherben mit oder ohne Zusatz von Blei, Antimon oder A

B. Proben auf nassem Wege.

I. Proben für kupferreichere Substanzen.

A. Die modificierte Schwedische Probe. Fä des Kupfers aus seiner Lösung durch Eisen oder Zink.

B. Colorimetrische Proben, und zwar:

1. Jaquelins Verfahren.
2. v. Huberts Verfahren.
3. Müllers Methode mit dem Complementair-Colorim

C. Titrierproben, und zwar:

1. Pelouze's Fällungsmethode mittelst Schwefelnatriums.

2. Schwarz' Oxydationsmethode mittelst übermangansauren
alis.

D. Sonstige Proben nach Levol, Byer und Roberts.
ivot &c.

II. Proben für kupferärmere Substanzen.
(Schlacken, Frischblei, Kupferschiefer &c.)

Heine's colorimetrisches Verfahren.

Erstes Kapitel.

Kupferproben auf trockenem Wege.

. Geschwefelte Erze und Producte mit oder ohne einen Gehalt an Selen, Arsen oder Antimon.

A. Proben für reichere Erze und Producte.

§. 43. Deutsche Kupferprobe.

Dieselbe umfasst nachstehende Operationen:

1. das Rösten im Muffelofen. Rösten.

Von dem richtig gewählten, gehörig getrockneten und vorge-
ichteten Probiergute wird zur Probe 1 Centner doppelt abge-
ogen, das Abgewogene auf einem mit Kreide, Röthel oder
aunsteinpulver ausgestrichenen Röstscherben (Taf. III. Fig. 61, 62)
ittelst eines Spatels von Innen nach Aussen so ausgebreitet,
ss das meiste an dem Rande des Scherbens zu liegen kommt
d sich in der Mitte nur eine dünne Schicht befindet. Die mit
ndestens 2 Volumtheilen Holzkohlenpulver oder 25—40 Pfund
ephit vorher gut gemengte Probe wird alsdann in die schwach
ihende Muffel gebracht und vorsichtig so lange geröstet, bis
ine schweflige oder arsenige Säure mehr entweicht (pag. 183).
e, besonders anfänglich, beim Rösten zu gebende Temperatur
htet sich nach der Beschaffenheit des Probierguts, welches
bei nicht schmelzen darf, wenn auch ein sehr schwaches Sintern

gestattet werden kann; dabei ist jedoch sorgfältig zu vermeiden, dass etwas am Scherben anhaftet. Gewöhnlich passt für den Beginn der Röstung die Temperatur, welche eine schwach glühende Muffel im vorderen Theile hergibt. Je nach der Zusammensetzung des Probierguts kann man schneller oder nur langsamer mit der Hitze steigen und die Röstung in kürzerer oder längerer Zeit beendigen.

Ein Blei-, Arsen- und besonders ein Antimongehalt machen, wegen der Leichtschmelzigkeit ihrer Verbindungen, besondere Vorsicht nöthig. Man röstet solche Erze (z. B. Fahlerze, Bournonit &c.) anfangs ganz schwach, ohne Zusatz von Kohle, und wendet nachher anstatt des Graphites Kohlenpulver an, weil das Erz schon bei niedriger Temperatur zum Glühen kommt und abröstet. Ist, wie in manchen Fahlerzen, zugleich noch Schwefelquecksilber im Probiergute enthalten, so sintert dasselbe schon bei ganz niedriger Temperatur zusammen und entlässt bei starker Hitze Quecksilber mit solcher Heftigkeit, dass mechanische Verluste entstehen. Man muss solche Erze zur allmähligen Verdunstung des Quecksilbers in die angewärmte Muffel bringen und erst nach Entfernung des Quecksilbers mit Kohle weiter rösten. Kohlenpulver wirkt zugleich mechanisch auflockernd, Coks und Graphit fast ausschliesslich und anhaltend chemisch, da gewöhnlich das Holzkohlenpulver schon einem grossen Theile nach verbrannt ist, bevor das Röstgut wieder in eine Temperatur gelangt, in welcher Kohle auf solches einwirken kann.

Hat das Rauchen des Röstgutes aufgehört und entlässt dasselbe keinen Geruch nach schwefliger Säure mehr, so wird dasselbe in einer Schale von Messing oder Gusseisen (Taf. IV Fig. 79) aufgerieben, mit etwa 25 Pfund Kohlenstaub gemengt und abermals bei höherer Temperatur bis zum Verschwinden der entstandenen riechenden Gase geröstet. Auch brennt man wohl das Röstgut mit Unschlitt ab. Röstet das Erz sehr schwer, so gibt man zuletzt statt des Kohlenstaubes einen Zuschlag von 40 bis 60 Pfund kohlensaurem Ammoniak, wodurch die schwefelsauren Salze (bis auf das schwefelsaure Bleioxyd) unter Bildung von flüchtigem schwefelsauren Ammoniak zerlegt werden. Gewöhnlich genügt ein zweimaliges Aufreiben. Behuf der vo

den Schmelzen eine Bildung von Kupferstein, dessen
lt sich der Bestimmung entzieht.
man durch Geruch und Gesicht bei der heissen Probe
pfe mehr wahrnehmen kann, das Probemehl eine
gleichartige matte Farbe zeigt und beim Aufreiben
eine Körnchen mit Metallglanz und zuletzt auch keine
er Graphittheilchen mehr wahrzunehmen sind, so ist
ung beendigt. Es ist wohl vorgeschlagen, der Probe,
e bereits etwas verröstet ist, einige (bis 10) Procente
zuzusetzen, um die Abscheidung von Arsen, Schwe-
beschleunigen. Es kann dieser Zusatz, wenn er den
ten Zweck auch nicht immer erfüllt, nur dann schäd-
n, wenn so viel Kochsalz zugesetzt wird, dass dadurch
es Zusammenbacken des Probemehls und dadurch
derung des Luftzutrittes entsteht. Bei einem Zinkge-
rzes tritt wegen Bildung von Chlorzink leicht eine
ein.
ei völlig abgerösteten Proben kann man darauf rech-
lles oder möglichst alles Kupfer in Oxyd verwandelt
ses muss erreicht sein, wenn das Resultat der Probe
ll. Alles Kupfer, welches als Schwefelkupfer oder
res Salz zurückbleibt, ist fast gänzlich für die Ge-
mmung verloren, da es durch den späteren alkali-

ein zu röstendes rohes Erz behandelt wird. Man mengt zu diesem Zwecke 1 Probiercentner Erz mit 1 Centner Boraxglas, 1 Centner Kali- oder Natronglas, und 10 Pfund Colophonium gut durch einander, bedeckt das Gemenge in einer Bleitute (Taf. II Fig. 64) mit etwa 3 Centner Kochsalz, letztere mit einem Deckel und erhitzt die Probe ½ Stunde lang in der Muffel oder ¾ Stunde im Windofen. Dabei werden die Erden verschlackt und es erfolgt ein kupferhaltiger Lech in Gestalt eines Königs der feingerieben und geröstet wird.

Schwarzmachen.

2. Das solvierende und reducierende Schmelzen (Schwarzmachen). Wird das Röstgut, welches neben geringen Mengen antimon- und arsensaurer Salze die Oxyde des Kupfers, Bleies, Eisens, Zinks &c. enthalten kann, einem reducierenden Schmelzen bei gleichzeitiger Anwendung von Solvierungsmitteln (Borax, Glas) unterworfen, so werden bei einer passenden nicht zu hohen Temperatur die schwieriger reducierbaren Oxyde des Eisens, Mangans, Zinks &c. grösstentheils verschlackt während sich das Kupferoxyd mit einem geringern Theile dieser Oxyde, namentlich aber mit dem Bleioxyde reduciert und ein unreines Kupferkorn (Schwarzkupfer) gibt, in welchem sich auch der Antimon- und Arsengehalt des Röstgutes fast ganz findet. Wendet man zu viel solvierende Zuschläge an, so wird auch Kupfer verschlackt, was sich an der rothen Färbung der erstarrenden Schlacke zu erkennen gibt. Bei Mangel an Auflösungsmitteln reduciert sich ein grösserer Theil der fremden Oxyde, es entsteht ein sehr unreines Schwarzkupfer, dessen Gaarmachen mit grösseren Verlusten verbunden ist. Die Beschickung ist gut getroffen, wenn bei einer schwarzen oder bouteillengrünen Schlacke ein schon geschmeidiges Kupferkorn mit kupferrothem Bruch erfolgt. Ein grösserer Bleigehalt veranlasst eine Verschlackung von Kupfer, während ein Eisengehalt das Kupfer dagegen schützt. Ein Antimon- und Arsengehalt trägt zur Ansammlung des Kupfers bei, indem das Schwarzkupfer dadurch leichtflüssiger gemacht wird.

Die Zuschläge beim Schmelzen müssen schwefelfrei sein, weshalb man das Kochsalz in Gestalt von Steinsalz oder ein mittelst Chlorbarium gereinigten Salzes (pag. 116) anwendet. Borax und Glas sind frei von Schwefel, dagegen befindet sich

aus 16 Weinstein und 8 Salpeter und bei 50—70 Procent
aus 20 Weinstein und 8 Salpeter. Je mehr Salpeter vor-
ist, um so geneigter wird das Kupfer zur Verschlackung.

tt des schwarzen Flusses, wenn er Schwefel enthält, be-
an sich eines Gemenges von 100 Pfund gereinigter Pott-
nd 10—12 Pfund Mehl (pag. 93). Von diesem Flussmittel
man auf 1 Probiercentner Erz &c. 2 Centner, mengt beide
schlag von 30—50 Pfd. Glas und 25 Pfd. oder mehr Borax
mmen, thut das Gemenge in eine Kupfertute [2]) (Taf III.
, 68), bedeckt dasselbe mit 2—3 Centner Kochsalz, thut
selbe ein Stückchen Kohle (pag. 93) und verschliesst
e mit einem Tutenfuss.

Anwendung von schwarzem Fluss lässt man die Be-
g für 1 Centner Erz aus $2\frac{1}{2}$—3 Centner schwarzem
5—50 Pfund Boraxglas und bis 50 Pfund blei- und arsen-
Glase bestehen. Das Erz wird in einem Mörser von Por-
der Serpentin mit $\frac{1}{3}$ des schwarzen Flusses zusammen-
, schnell in eine Kupfertute gethan, die anderen $\frac{2}{3}$ schwarzer
zugefügt, 25 Pfd. Borax und 30—50 Pfd. Glas darüber gebrei-
Ganze mtt 2—3 Centner Kochsalz bedeckt und auf dieses
ck Kohle von etwa $\frac{1}{2}$'' Würfelseite gelegt. Die obere
hwarzer Fluss verhindert, dass beim Aufschäumen der
in Folge der Reduction Erz ausser Berührung mit dem-

Schlacke zu sehr entblösst. Bei Abwesenheit der Kohle ver-
schlackt sich leicht Kupfer. Strengflüssige Erze verlangen einen
geringeren Zusatz von Glas, weil dieses selbst strengflüssig ist.
Zur besseren Ansammlung des Kupfers gibt man wohl, auch bei reiche-
ren Erzen, einen Zuschlag von 5—15 Procent Arsen und beschickt z. B.
in Freiberg reinen Kupferkies mit 15 Procent Arsen, 50 Procent
Borax und 40 Procent Glas; Buntkupfererz mit 15 Procent Arsen,
40 Procent Borax und 40 Procent Glas; Fahlerz mit 10 Procent
Arsen, 25 Procent Glas, 30 Procent Borax und 8 Procent Eisen-
feile. Enthalten die Erze hinreichend Blei, so ist kein Arsenzusatz
erforderlich. Ein Zusatz bis 10 Procent Eisen ist bei eisenarmen
Erzen beim Schwarzmachen und für das demnächstige Gaaren
des Schwarzkupfers sehr förderlich.

Das Vorhandensein von Eisenoxydul beugt einer Ver-
schlackung des Kupfers am sichersten vor und scheint sie mehr
und sicherer zu verhüten, als eine Änderung in dem Verhältniss
des Salpeters zum Weinstein bei der Bereitung des schwarzen
Flusses oder als die Anwendung einer weniger hohen und weit-
niger lange anhaltenden Temperatur beim Schmelzen. Da häufig
schon Eisenoxydul im abgerösteten Probiergute enthalten ist, so
ist nicht immer ein Zusatz von oxydiertem Eisen beim Schmelzen
erforderlich; um je höher jedoch der Kupfergehalt des Probier-
gutes steigt, um so nützlicher beweist sich ein solcher, so dass
man nicht fehlt, wenn man zu jeder Probe beim Schmelzen einen
Zuschlag von $^1/_2$ bis gleichem Gewichte reinen Eisenoxyds oder
Hammerschlags gibt, oder der Probe vor dem Rösten reinen
Schwefelkies zuschlägt. Derselbe vermindert auch einen Silber-
verlust beim Rösten.

Die Erfahrung, dass oxydiertes Eisen die Kupferverschlackung
verhindert, ist mehrfach gemacht und namentlich von Wehrle[1])
ein Zuschlag desselben bei quarzreichen Substanzen empfohlen.
Auch hat Dr. W. Fuchs [2]) hierauf aufmerksam gemacht und

[1]) Dessen Probier- und Hüttenkunde, II., 299.

[2]) Archiv für Eisenbahnen 1843, Nr. 9 und daraus in Dinglers polytech.
Journal, Bd. 89, pag. 304, oder Bergwerksfr., Bd. VII., pag. 23, mit
Nachschrift von Heine.

selbe durch seine Versuche zu dem Schlusse geführt, dass
n bis dem schwarzen Flusse gleiches Gewicht Eisenoxydul
m Kali des schwarzen Flusses zu einer chemischen Ver-
g von der Formel 2 Fe O, KO verbinden [1]) könne und dass,
man der Probe so viel Eisenoxyd zusetzt, dass sich Fe O,
ldet, das Kupfer vor einer Verschlackung gesichert
ner, dass durch den Zusatz von Eisenoxyd der schwarze
am zweckmässigsten 2 Salpeter und 5 Weinstein) leicht-
r wird.

man seit lange weiss, dass schmelzendes kohlensaures
durch Kupferoxyd zerlegt wird, so muss man wohl an-
, dass die Eisenoxyde die Kupferoxyde aus ihrer Verbin-
mit Alkali abzuscheiden vermögen, wenn diese Trennung
ielleicht nicht ganz vollständig geschieht.

an setzt die Proben einer ½—1stündigen gelbweissen Hitze
ffel- oder Windofen aus (am Unterharze lässt man Erz-
einproben nach dem Durchschlagen der Flammen noch
uten, Schlackenproben ¼ Stunde im Windofen) und legt
wendung eines Muffelofens glühende Kohlen vor die Tuten
va zur Mitte ihrer Höhe. Der Inhalt derselben muss voll-
flüssig werden.

i einer gut gerathenen Probe (d. h. bei richtiger Be-
ng und Temperatur) ist weder Salzdecke noch Schlacke
gefärbt von Kupferoxydul; letztere ist schwarzgrün von
xydul, glasig, gleichförmig und leicht zerspringbar. Bei
ter, also kupferhaltiger Schlacke war entweder die
ratur zu hoch oder zu anhaltend, oder zu wenig Kohle, oder
Borax und Glas vorhanden, oder die Probe zu streng-
was sich dann auch an dem Ansehen der ungleichförmigen,
Schlacke zu erkennen gibt. Auf dem Salze muss un-
nte Kohle zurückbleiben und sich am Boden der Tute
geflossener König, je nach seiner Reinheit von rother oder

---

er derartige Verbindungen sind nur wenige Thatsachen bis jetzt be-
nnt. Schaffgottsch fand, dass sich Natron mit dem Eisenoxyde
ch der Formel $\dot{N}a\dot{F}e$ verbinden könne. (Poggendorffs Annalen
XXIII., 124.)

mehr grauer Farbe befinden. Findet sich zwischen Kupfe und Schlacke eine spröde Kruste oder Lage Lech, so war di röstung unvollständig und die Probe ist zu verwerfen.

Nur wenn man es mit der Untersuchung von Subst zu thun hat, welche allein Schwefelungen des Eisens und Kupfers enthalten und ausserdem keine oder nur wenig e Gangarten führen, kann man, vorausgesetzt, dass der Ku gehalt nicht sehr gering ist, durch Röstung und reducier Schmelzen bei einer gut getroffenen Beschickung ein Kupfe erhalten, dessen Gewicht den Gehalt dokimastisch verlässi gibt. Das gewonnene Kupferkorn muss dann aber bei ku freier Schlacke alle Eigenschaften des reinen Kupfers h muss sowohl auf der Oberfläche als auf dem Bruche rein ku roth sein und sich, ohne sich spröde und rissig zu zeigen, aushämmern lassen.

Liefert die Farbe und Geschmeidigkeit des Kupferkorns Beweis, dass die Verunreinigung nicht über 1—3 Procen Kupfergewichtes betragen kann, so umgeht man wegen der stattfindenden Verluste ein Gaarmachen (Mansfelder Ku Spur- und Dünnstein [1]).

Dagegen gehen alle im abgerösteten Probiergute noch handenen Oxyde der Metalle, welche sich eben so leich Kupferoxyd reducieren und in der angewandten Tempe schon für sich oder durch die Legierung mit Kupfer schme sind, in das sich ausscheidende Kupfer über. In allen Fälle her, wo das abgeröstete Probiergut noch von solchen Me zu denen Blei, Wismuth, Zinn, Kobalt, Nickel, Antimon, Ars gehören, enthält, kann kein reines Kupfer ausgebracht w und bezeichnet man dann das erhaltene Kupfer mit dem N Schwarzkupfer. Dieses Schwarzkupfer muss dann erst eine weitere 3te Operation von diesen fremdartigen Bestan len, zu denen sich, war die Röstung nicht äusserst vollkon auch noch Schwefel gesellen kann, befreit werden.

[1]) Heine im Bergwerksfreund, Bd. I, pag. 22.

3. Das Gaarmachen des Kupfers auf der Capelle oder auf dem Scherben. Diese Operation bezweckt die Entfernung der fremden Bestandtheile aus dem Schwarzkupfer. Gaarmachen.

Das Kupfer wird zu diesem Zwecke in Fluss gebracht und der Luft Zutritt gestattet. Hiedurch werden die leichter als Kupfer oxydablen, im Schwarzkupfer enthaltenen Bestandtheile, namentlich Phosphor, Schwefel, Arsen, Antimon, Blei, Eisen, Wismuth, Zink &c. zunächst in Oxyde verwandelt und können als solche entfernt werden. Es steht jedoch eine theilweise gleichzeitige Oxydation des Kupfers hierbei durchaus nicht zu vermeiden, so wie auch, will man die Oxydation des Kupfers nicht zu weit vorschreiten lassen, leicht grössere Spuren der genannten Körper im dem gereinigten Kupfer, dem Gaarkupfer, zurückbleiben. Von anderen Metallen, namentlich von Gold, Silber, Nickel, Kobalt &c. steht durch diese Methode das Kupfer gar nicht oder nur unvollständig zu befreien.

Dies ist der Grund der Unvollkommenheit aller Gaarproben und demnach der Unvollkommenheit aller Probiermethoden, bei denen ein Gaarmachen nöthig wird; auch der geübteste Probierer vermag diese durch seine Geschicklichkeit und Erfahrung nicht ganz zu beseitigen. Nichts destoweniger verdient diese Probe geübt zu werden, da sie bei erworbener Übung in kürzerer Zeit ein wenn auch nur mehr oder weniger annähernd richtiges Resultat liefert, als durch die Probe auf nassem Wege möglich ist. Auch bleiben richtig ausgeführte Proben, nach den gewöhnlich bei ihnen eintretenden Differenzen verglichen, noch immer oder doch reichlich eben so verlässig, als manche andere Metallproben auf trockenem Wege, z. B. die Bleiproben.

Man sieht bei hohen und mittleren Gehalten im Allgemeinen die Probe als gelungen an, wenn bei richtigem Verfahren das Gewicht zweier sich controlierenden Proben nicht über 1 Pfd. differiert.

Das Gaarmachen wird nach verschiedenen Methoden ausgeführt.

a. Gaarmachen auf dem Scherben (Spleissen). Dieses ist die in Deutschland, z. B. in Freiberg[1]), Victor-

[1]) Jahrb. f. d. Berg- u. Hüttenm. Freiberg 1855, p. 130.

Friedrichshütte, und Ungarn am häufigsten gewählt
thode; sie ist dann vorzüglich anwendbar, wenn das Sch
kupfer nicht sehr bedeutende Mengen Blei enthält, und
so verlässiger, je reiner das Schwarzkupfer schon ist.

Bei dieser Methode lässt sich zwar eine Oxydation des Ku
nicht völlig verhindern, unter Umständen ist aber der
entstehende Verlust verschwindend klein. Man setzt in
berg den Kupferkönig mit möglichst wenig Borax, gew
dem gleichen Gewichte, in ein Skarnitzel von Briefpapier ge
auf den mit glühenden Kohlen umgebenen weissglühenden
flachen Scherben (Taf. III. Fig. 64, 65) und schmilzt bei mö
hoher Temperatur rasch ein. Ein langsames Einschmelzen
ánlasst Oxydation und Verschlackung des Kupfers. Die
wendende Temperatur beim Gaarmachen muss zwischen de
Roh- und Gaarkupfers liegen. Kommt Schwarzkupfer zur U
suchung, welches weder Arsen und Antimon, noch Blei en
so setzt man zu 50 Pfd. Probe nach Erfordernis 5—10 Pf
Blei und 30—50 Procent Borax, wobei man gewöhnlich zu
im weissglühenden Scherben bereits eingeschmolzenen Bora
Kupfer und dann das Blei nachsetzt. Ist das zu gaarende K
nicht in einem Stücke vorhanden, so gibt man dasselbe,
Verluste zu vermeiden, nie mit dem Borax zusammen auf, son
nachdem dessen Aufblähen vorüber ist. Ein schwefelhal
Schwarzkupfer sprüht beim Aufsetzen. Man muss immer S
nitzel mit abgewogenem Blei und Borax zur Hand haben, um so
nöthigenfalls nachzusetzen.

Sobald das Kupfer eine convexe, völlig blanke Oberfl
zeigt, und ringsum ein Rand von Boraxschlacke dünn fliesst,
öffnet man die Muffelmündung ein wenig, um den zur Oxyda
erforderlichen Sauerstoff zutreten zu lassen. Zeigt sich das Ku
wenngleich in der Muffel Weissglühhitze vorhanden ist, n
blank, sondern mit einer schwarzen Kruste bedeckt, so versu
man, Borax zuzusetzen. Hilft dies nicht allein, so setzt man n
ein Skarnitzel mit Blei nach und thut nochmals recht heiss, wor
sich das Schwarzkupfer bald mit blanker Oberfläche zeigt. Si
unreines Schwarzkupfer mit nur 40—50 Procent Kupfer setzt m
zuerst nur mit viel Borax, ohne Blei, auf den Scherben, und g

es erst nach, wenn das Kupfer hinreichend gereinigt ist. muss jetzt besonders darauf achten, dass die Temperatur zu sehr sinkt. Bei Vorhandensein von Blei steigen in dieser e Dämpfe davon auf, ein Theil Blei geht in die Schlacke. n dampft meist fort, ein Theil davon bleibt jedoch als aures Eisenoxyd in der Schlacke; ähnlich verhält sich An-), nur wird letzteres hartnäckiger vom Kupfer zurückge- Am schwersten verschlackt sich Nickel und nur bei grossen Bleizusatz und in Folge dessen bei bedeutendem verlust. Ist zu wenig Borax vorhanden, so erstarrt die ke leicht.

ihert sich das Kupfer der Gaare, so blickt es ähnlich wie lber, nur weniger deutlich; besonders am unteren Rande Blick warzunehmen. Bei Vorhandensein von Antimon rsen ist der Blick weniger deutlich, als bei Blei, wird es auch bei letzterem, wenn die Könige klein sind. Man in letzterem Falle die Probe als gut an, wenn sie nicht dampft. Die Temperatur muss im Augenblicke des Blickens so gross sein, dass das Kupfer erstarrt, da es sonst fort- würde, sich zu oxydieren, doch muss man sich sehr hüten, asselbe nicht zu früh erstarrt. Dasselbe zeigt beim Gaar- n eine eigenthümliche grüne Farbe. Man nimmt hierauf obe aus dem Ofen, löscht sie vorsichtig im Wasser ab und t sie aus. Die Körner dürfen nicht über 1—2 Procent im te differieren und man gibt den Gehalt durch alle Gehalts- von 1 zu 1 Pfund an.

i einer guten Probe hat der König die reine Kupferfarbe, til, auf dem Bruche gleichförmig körnig und rosaroth. Ein aarer König ist aussen roth, der Bruch aber grau, ein arer aussen dunkelroth und spröde, der Bruch mehr ge- en, als körnig, und bei hoher Übergaare sogar blätterig, hlacke dann aber auch roth. Bei guter Gaare ist die te bei Vorhandensein von Eisen schwarzgrün. War Blei den, so ist die Schlacke am Rande grünblau von Eisen, dem Korne ist sie gelbroth von $\dot{P}b + \dot{C}u$ und am Korn zeigt sich Kupferoxydul. Die gelbrothe Farbe ist nicht zu

verwechseln mit der des basisch arsensauren Eisenox
welches auf der Oberfläche der damit gesättigten Schlacke ku
rothe Flittern bildet. Da durch den Bleizusatz ein unver
licher Kupferverlust bedingt ist, so ist ein Zurechnen von K
nöthig, um den ungefähren richtigen Gehalt des Schwarzku
zu erfahren. Man rechnet erfahrungsmässig auf 10 Pfund
schlackte Metallmasse (vom Schwarzkupfer und Bleizuschla
Pfund verschlacktes Kupfer. In manchen Gegenden rechnet ma
jede 5 Pfund Verlust (Schwärze) 1 Pfund Kupfer mehr.
es beim Gaarmachen an Borax, so kann man solchen nachse
Füllt sich dann der Scherben zu voll, so kühlt man ihn im Wa
entschlackt das Kupfer und beschickt dasselbe nochmals auf ei
neuen Scherben mit Borax. Dabei ist man immer leichter ei
Kupferverluste ausgesetzt, weil schon das meiste Eisen verschl
ist, welches sonst das Kupfer vor der Verschlackung sch
Man sucht deshalb lieber mit einem Male fertig zu werden.

Hat sich viel arsensaures Eisenoxyd gebildet, welches
Schlacke steif zu machen anfängt, so kann man keinen Bo
mehr nachgeben, weil dadurch die Probe völlig zum Erstar
gebracht wird und nicht wieder hitzig zu erhalten ist. In solch
Falle muss man ausschlacken. Man darf deshalb einen ne
Boraxzusatz nur im Anfange geben, wo die Schlacke noch
flüssig und der König noch nicht blank ist. Ist der König
mal blank geworden, so ist selten ein Boraxzusatz nöthig, w
man den Ofen heiss genug hält. Nur sehr unreine Schwarzku
werden dann in einer Periode nicht gaar.

Bleiisches Schwarzkupfer ist schon kupferfarbig, hat eine
wisse Weichheit und wird sehr schnell gaar. Arsenhalt
Schwarzkupfer gaart langsamer, erfordert wegen seines Eise
gehaltes mehr Borax und gibt nie ein Gaarkupfer von s
rother Farbe. So lange dasselbe noch nicht gaar ist, bleib
bei hinreichender Hitze auf dem Scherben beweglich. Bei
arsenhaltigem Kupfer bricht, wenn die Hitze sehr stark ist,
blaue Arsenflamme hervor, die jedesmal den König hebt.
zeigt sich oft ringsum ein fortwährend blauer Schein von
brennendem Arsen.

Gold und Silber bleiben im Kupfer und müssen, wen

rocent betragen, in Rechnung gebracht werden. Viel Silber
t das Kupfer weiss. Man stellt gewöhnlich nur 2 Proben
einmal an, es lassen sich indessen bei gehöriger Aufmerk-
keit wohl 4 Proben auf einmal machen.

b. Gaarmachen auf der Capelle. Diese Methode ist
Schlüters Zeit noch hin und wieder, z. B. auf den Ober-
Unterharzer Hütten, im Gebrauche. Sie ist keineswegs
uer, als die übrigen, aber für sehr bleireiche Schwarzkupfer
leicht die geeignetste.

Es wird ein mit dem Schwarzkupfer gleiches Gewicht reines
fer abgewogen, während zwei Capellen in der Muffel des Pro-
ofens in Weissgluth gebracht sind. Auf eine jede derselben
d dasselbe gleiche Gewicht reines Blei gesetzt und wenn dieses
Treiben gekommen ist, so setzt man auf die eine Capelle
Schwarzkupfer nach, auf die andere das reine Kupfer, wo-
man die Muffel wieder zulegt, bis die Legierung in den Ca-
en von neuem gut treibt. Auch setzt man wohl (Unter-
rz) die Hälfte Blei mit dem Kupfer auf die Capelle und
ald dies durchgeglüht ist, die andere Hälfte Blei nach. Die
menge, welche man zuzusetzen hat, richtet sich nach der
schaffenheit des Schwarzkupfers; ist dieses sehr bleiisch, so kann
n mit dem gleichen Gewichte Blei ausreichen, ist das Schwarz-
fer fast oder ganz bleifrei und dabei unrein, so muss man
n $2\frac{1}{2}$—4faches Gewicht Blei zusetzen (am Unterharze nimmt
n z. B. das 4fache Blei). Während des Treibens, wobei man
Muffel reichlich halb öffnet, ohne jedoch den Aschenfall des
ns zu schliessen, hat man für eine genügende Hitze zu sorgen
d besonders danach zu sehen, dass beide Capellen gleich heiss
en, damit auf beiden der Kupferverbrand möglichst gleich ist.
heisser man das Treiben hält, um so reiner wird das Kupfer
d um so runder dessen Form. Das Blicken der Proben ist
as deutlicher, als beim Gaarmachen auf dem Scherben. So
es erfolgt ist, wird die Capelle noch im Muffelofen mit einem
el voll Kohlenstaub oder Borax überschüttet, sofort aus dem
genommen und im Wasser abgelöscht. Die Kennzeichen
Gaare des Kupfers sind wie oben; es hält jedoch schwer,
g bleifreie Körner zu erhalten. Durch das gleichzeitige und

mit der Probe gleich geleitete Abtreiben einer dem Schwarzkupfer gleichen Gewichtsmenge reinen Kupfers will man eine Berechnung der Kupfermenge möglich machen, welche das Schwarzkupfer durch Verschlackung verloren hat. Was das reine Kupfer weniger wiegt, wird dem gefundenen Gewichte des Gaarkupfers aus dem Schwarzkupfer zugerechnet. Ein Beispiel wird dies deutlicher machen. Das Schwarzkupferkorn wiege 75 Pfund. Es mögen demnach 75 Pfund reinen Kupfers mit $75 . 3 = 225$ Pfund reinen Bleies abgetrieben und 60 Pfund Kupfer davon zurück erhalten sein, so hat der Kupferverbrand $75—60 = 15$ Pfund betragen. Das ebenfalls mit 225 Pfund Blei abgetriebene Schwarzkupfer habe 40 Pfund Gaarkupfer geliefert, so beträgt der Kupfergehalt der 75 Pfund Schwarzkupfer $40 + 15 = 55$ Pfund, welche angegeben werden, wenn das Schwarzkupfer nicht bleiisch war. Ist das Schwarzkupfer aber sehr bleireich, so macht man noch eine zweite Zurechnung. Die Differenz $75—55 = 20$ Pfund wird als Blei angesehen. Nun hatten bei der Probe mit reinem Kupfer 225 Pfund Blei 15 Pfund Kupfer verschlackt; diese 20 Pfund Blei, nimmt man daher an, haben noch $\frac{20 \cdot 15}{225} = 1{,}33 = 1\frac{1}{3}$ Pfund Kupfer verschlackt. Der anzugebende Kupfergehalt beträgt demnach $40 + 15 + 1\frac{1}{3} = 56\frac{1}{3}$ Pfund.

Ist das Schwarzkupfer so sehr mit Blei verunreinigt, dass man beim Gaarmachen auf die angegebene Art von ihm kein Kupfer zurückbehalten würde, so setzt man ihm ein gleiches Gewicht reines Kupfer hinzu und treibt gleichzeitig auf der zweiten Capelle das doppelte Gewicht reinen Kupfers ab. z. B. das Schwarzkupfer wiege 75 Pfund, so setzt man ihm 75 Pfund Kupfer zu und treibt es mit $2 . 75 . 3 = 450$ Pfund Blei ab. Auf der controlierenden Capelle treibt man dann $75 . 2 = 150$ Pfund Kupfer mit 450 Blei ab. Die Berechnung geschieht wie oben, nur rechnet man zuletzt die zugesetzten 75 Pfund Kupfer zurück. Bricht man an der zuzusetzenden Bleimenge ab, so muss dies bei der Probe und der Controle auf gleiche Art geschehen.

§. 44. Englische Kupferprobe.

Verfahren. 1 Centner Erz (fast 1 Unze oder $26\frac{2}{3}$ Gramm) wird je nach sein mit Borax, Flussspath oder Kalk gemengt, r

chsalz in einer Tute bedeckt, im Windofen in Fluss gebracht, flüssige Masse ausgegossen und mit etwas Wasser besprengt, auf sich die Schlacke von dem gebildeten Stein leicht trennt. hält dieselbe Steintheilchen, so wird sie nochmals eingeschmolzen. Der gepulverte Lech wird vorsichtig unter öfterem rühren mit einem Eisenstabe in einer Schmelztute, die im ndofen steht, abgeröstet, in welcher er nachher mit Borax, instein und Salpeter auf Schwarzkupfer verschmolzen wird.

In Cornwall ist nach Karsten nachstehende Methode räuchlich:

Die zerkleinte und feingesiebte Erzprobe wird mit 1—1½ weren gewöhnlichen Glases, welches nur kein Blei oder Arsen halten darf, mit 25—50 Procent Salpeter und mit 50 Procent axglas gemengt, das Gemenge in einen Thontiegel gebracht, abgeknistertem Kochsalz bedeckt und der Tiegel, mit einem schliessenden Deckel versehen, einer starken Schmelzhitze gesetzt. Nach dem Erkalten wird der Tiegel zerschlagen und Schwarzkupferkönig von der Schlacke abgesondert. Statt gewöhnlichen Glases bedient man sich auch eines Zusatzes Flussspath und Kalk. Diese Zusätze haben nur den Zweck, dem Erze in der Probe beigemengten Gebirgsarten zu verlacken und in Verbindung mit dem Boraxglase eine vollkommen ssige Schlacke zu bilden, damit sich die durch den Salpeter dem Kupferkies &c. reducierten Kupfertheilchen niedersenken d zu einem einzigen Korne vereinigen können. Ist die Schlacke strengflüssig, so bleiben viele Kupferkörnchen zurück und ehe Proben werden als misrathen angesehen, obgleich die hlacke immer noch einmal geschmolzen werden muss, woher später beim Gaarmachen das Nähere folgt. Bei diesem rfahren fällt das Kupferkorn zwar ziemlich rein aus, allein es lt noch etwas Schwefel zurück, obgleich sich auch schon ein eil Kupferoxydul verschlackt, weil die Einwirkung des Salters nicht ganz gleichmässig stattfinden kann.

Diese Probiermethode ist überhaupt nur da anwendbar, wo h das Kupfer als Schwefelung im Erze befindet, da alles pfer, welches als Kupferoxyd, frei oder an Säuren gebunden, handen ist, in die Schlacke geführt werden würde.

Das in Cornwall und überhaupt auf den Englischen Kupferhütten übliche Gaarmachen besteht darin, dass das zu dünnen Blechen ausgetriebene Schwarzkupferkorn in einen schon glühenden Tiegel gebracht und, nachdem es in Fluss gekommen ist, sogleich mit rohem weissen Flusse bedeckt wird. Auch fügt man wohl etwas abgeknistertes Kochsalz als Decke hinzu. Es entsteht hierbei ein starkes Aufbrausen. Sobald die Masse ruhig fliesst, giesst man sie in einen metallenen Einguss, der mit etwas Fett ausgerieben ist. Wenn sie so weit erstarrt ist, dass sie sich mit einer Zange aus dem Einguss heben lässt, wird sie im Wasser abgelöscht, um das Kupferkorn von der Schlacke abzusprengen. Die Reinheit des Kupferkorns erkennt man daran, dass es sich ohne bedeutende Kantenrisse austreiben lässt &c. Sind die Kennzeichen der Gaare nicht vorhanden, so muss der Reinigungsprocess wiederholt werden, welches zuweilen wohl zum dritten und vierten Male geschieht. Durch den Salpeter im weissen Fluss sollen die fremden Bestandtheile oxydiert und dadurch entfernt werden. Die entstehende Schlacke enthält aber noch oxydiertes Kupfer, weshalb sie mit der Schlacke, welche beim reducierenden Schmelzen gefallen war (das Erz mag im gerösteten oder nicht gerösteten Zustande [pag. 209] probiert worden sein) gemengt, in einem eisernen Mörser feingerieben und mit einem gleichen Gewichte Weinstein, sowie mit etwas gepulverten Cokes gemengt, in einen Tiegel gebracht, mit Kochsalz bedeckt und in starker Hitze geschmolzen wird. Das Schwarzkupferkörnchen, welches sich nach dem Erkalten und Zerschlagen des Tiegels unter der Schlacke findet, wird in derselben Art, wie das Schwarzkupfer vom reducierenden Schmelzen gaar gemacht und das reine Kupferkorn zu dem von der Hauptprobe erhaltenen hinzugefügt, um den probemässigen Kupfergehalt des Erzes zu erfahren.

Auf dem Elbuferkupferwerk bei Hamburg geschieht das Gaarschmelzen mit Borax in einem Tiegel, der im Windofen steht, so oft, bis das Kupfer die gehörige Farbe und Dehnbarkeit erhält.

Die Englische Kupferprobe, dem Englischen Flammofenprocess angepasst, ist mit nicht unbedeutenden Kupferverlusten, namentlich

röstete Erz noch glühend in eine Probiertute auf 20 Procent seines Gewichtes Schwefelkies und 20 Procent Schwefel gebracht, mit Glaspulver und etwas Boraxglas bedeckt und auf Lech verschmolzen.

§. 47. Schmelzen mit Ansammlungsmitteln.

Verfahren. Bei armen und unreinen Erzen entstehen bei Anwendung des gewöhnlichen Verfahrens leicht Fehler aus der Schwerschmelzigkeit des Erzes und aus der basischen Natur des Kupferoxyduls, welches namentlich bei Gegenwart von Kieselerde sehr zur Verschlackung geneigt ist. In solchem Falle gibt man, wie in Freiberg üblich, zur Ansammlung des Kupfers beim Schwarzmachen Zuschläge von Blei, Bleioxyd, Arsen, Antimon, arseniger Säure oder Antimonoxyd, welche ihre Vortheile, aber auch ihre Nachtheile haben. 5—15 Procent Blei oder Bleioxyd geben mit Kupfer eine leichtflüssige Legierung, welche sich leichter ansammelt, führen aber Kupfer mit in die Schlacke, in Folge dessen dieselbe roth wird. Legt man die beim Gaarmachen gemachte Erfahrung zum Grunde, dass 10 Pfund Blei 1 Pfund Kupfer verschlacken, so erhält man, wenn man zu einem Erze mit 1 Procent Kupfer 5 Procent Blei gibt, nur ½ Pfund Kupfer und bei 30 Procent Bleizusatz erhielte man gar kein Kupfer. Die innige Mengung des Bleies mit dem Probiergute hat auch ihre Schwierigkeiten, weshalb in dieser Beziehung Glätte besser ist.

Durch einen Zuschlag von Arsen, Antimon, arseniger Säure oder Antimonoxyd erhält man leichtflüssige Verbindungen des Arsens und Antimons mit Kupfer, die Mengung kann vollständiger geschehen, als beim Blei, und für arme Erze ist dieser Zuschlag passender als jenes. Wegen des gefährlichen Umgehens mit arseniger Säure wendet man am besten metallisches Arsen an, welches beim Gaarmachen weniger schadet, als Antimon. Gehen zwar beide bei dieser Operation nicht ganz aus dem Kupfer und ertheilen demselben etwas Sprödigkeit und eine grauliche Farbe auf dem Bruche, so kann man doch mit dem Resultate einer mit Arsen versetzten Probe zufrieden sein

II. Oxydierte Erze und Producte.

§. 48. Probiermethoden.

Oxydierte Kupfererze und Producte werden

1. ohne vorherige Röstung einem solvierenden und reduierenden Schmelzen unterworfen, und das dabei erfolgende Schwarzkupfer nöthigenfalls gaar gemacht (reichere Erze und Producte, z. B. Rothkupfererz, Malachit, Gaar- und Verblasenschlacken, Kupferasche, Pickschiefer &c.); Schwarzmachen.

2. nach vorheriger Röstung auf Schwarzkupfer verschmolzen, z. B. Vitriole, Kupfererze, welche Arsensäure, Antimonsäure &c. enthalten, im Grossen unvollständig geröstete Erze, manche Kupferschlacken, Cementkupferschlieche, welche basisch schwefelsaures und arsensaures Eisenoxyd enthalten können &c. Die Röstung geschieht bei einem Zusatz von Kohlenstaub oder Graphit und wird nöthigenfalls mit kohlensaurem Ammoniak (pag. 196) beendigt; Rösten und Schwarzmachen.

3. mit Ansammlungsmitteln (Blei oder Arsen) auf Schwarzkupfer verschmolzen. Arme oxydierte Kupfererze, besonders die quarzigen, müssen stets auf diese Weise behandelt werden. Man beschickt z. B. armes Kupfererz mit Eisenspath und basischen Hüttengarten ohne Kieselerde mit 10 Procent Arsen, 30—40 Procent Borax und 20—25 Procent Glas; desgleichen mit Schwefelkies, Arsenkies, Quarz und Kalkspath neben schwarzem Fluss mit 12 Procent Arsen, 30 Procent Borax und 30 Procent Glas; eisenhaltigen, quarzigen Malachit mit 10 Procent Arsen, 60 Procent Borax und 15 Procent Glas. Sind arme oxydierte Erze eisenfrei, so schlägt man 10—20 Procent Eisenoxyd zu. Auch reichere oxydierte Substanzen beschickt man vortheilhaft mit Ansammlungsmitteln, z. B. Gaarschlacken mit 5 Procent Arsen, 30 Procent Borax und 30 Procent Glas; Reducierendes Schmelzen mit Ansammlungsmitteln.

4. einem Concentrationsschmelzen mit 20—25 Procent kupferhaltigem Schwefelkies und 20 Procent Schwefel, 100 Procent Borax-Glas, 100 Procent Glas und 20—25 Pfund Colophonium bei einer Kochsalzdecke unterworfen und der erfolgende Lech wie ein geschwefeltes Erz behandelt. Man thut das Erz auf den Schwefelkies und Schwefel und bedeckt dasselbe mit den Flussmitteln &c. Concentrationsschmelzen.

III. Kupferlegierungen.

§. 49. Probiermethoden.

Verfahren. Nur sehr wenige Legierungen lassen sich einem Gaarmach unterwerfen. Für die durch den Kupferhüttenprocess erzeugt Schwarzkupfer wird alles beobachtet, was für das G machen der beim reducierenden Schmelzen gefallenen K gesagt wurde. Will man auf der Capelle gaar machen, so wi man einen, seltener 2 Centner zu der Probe ab. Kupferhalti Bleie werden auf der Capelle gaar gemacht. Auf die e Capelle setzt man 2 Centner des Kupfer haltenden Bleies ½ Centner reines Kupfer, auf die andere 2 Centner reines und ½ Centner reines Kupfer und treibt beides zugleich ab. Man habe nun z. B. von der ersten Capelle 27 Pfund Kup zurück erhalten und von der zweiten 36 Pfund, so waren in 2 Centnern des Probierguts 36 – 37 = 9 Pfund oder 4½ Proc Kupfer enthalten.

Heine [1]) gibt für die Untersuchung der Mansfelde Schwarzkupfer, welche selten mehr fremde Bestandth enthalten, als 4—7 Procent Eisen, etwas Schwefel und Spuren von Zink, Kobalt, Nickel, Blei und Phosphor (die ga Menge der zuletzt genannten Körper beträgt gewöhnlich nic über 1 Procent) folgende Vorschrift.

Man wäge ⅛ oder 1 Probiercenter des in Feilspäh zertheilten Schwarzkupfers und zwar zur Controle doppelt ei bringe dieselben zunächst bei gelinder, dann bei verstärkter Hit und nach mehrfachem Aufreiben so oft unter die Muffel, bis d Kupfer ganz schwarz, in Oxyd verwandelt erscheint und durc das Pistill keine Körner mehr gefühlt werden können. Hierau beschicke man die geröstete Probe mit 2 und resp. 3 Centne schwarzen Flusses und 1—1½ Center blei- und arsenfreien Glase bringe die Beschickung in Kupfertuten, bedecke sie mit Kochsal und schmelze sie im Windofen ein. Der schwarze Fluss mu für diese Proben aus mindestens 20 Theilen Weinstein auf Theile Salpeter bestehen, weil bei geringerer Menge Weinste

[1]) Bergwerksfreund, Bd. I., pag. 134

...nst gewöhnlich rothe Schlacke erfolgt. Sollte dieses doch ...ttfinden, so schlage man 6—8 Probierpfund Kohlenstaub der ...schickung zu. Heine erhielt auf diese Art ein Kupfer, welches ...llig als Gaarkupfer anzunehmen war.

Diese Vorschrift möchte für ähnliche Schwarzkupfer Nach...mung verdienen, weil sie das stets unvollkommene Gaarmachen ...umgehen erlaubt; besonders wenn man beim Einschmelzen ...er gerösteten Probe aus dem oben erörterten Grunde etwas ...nes Eisenoxyd oder Eisenhammerschlag beim Einschmelzen ...setzt, um sicherer die Entstehung von rothen, Verluste anzei...enden Schlacken zu vermeiden.

Die gebräuchlichsten Kupferlegierungen, Messing, Argen..., Kanonenmetall &c. lassen sich auf trockenem Wege ...ht auf verlässige Art dokimastisch untersuchen. Argentan ...on deshalb nicht, weil Nickel gar nicht oder sehr schwierig ...rde entfernt werden können; die übrigen nicht, weil Zink und ... so schwer schmelzende Oxyde geben, dass diese beim Gaar...chen nicht gehörig zu entfernen stehen.

In den Legierungen des Kupfers mit Silber, Gold ... Platin kann der Kupfergehalt durch die beim Abtreiben ...Blei entstehende Differenz bestimmt werden.

50. Beurtheilung der Kupferproben auf trockenem Wege.

Mängel der trockenen Proben.

Diese Proben sind mit mancherlei Übelständen behaftet. Das ...en ist ein höchst zeitraubender Process; nur bei einer all...lig steigenden Temperatur, durch wiederholtes Aufreiben ... Vermengen des Röstgutes mit Kohlenstaub, Graphit oder ...lensaurem Ammoniak ist es möglich, den Schwefel hinreichend ...entfernen. Beim reducierenden Schmelzen können leicht ...ferverluste entstehen, wenn man eine richtige Temperatur ... eine passende Beschickung nicht trifft. Sind die Zuschläge ...rax, Glas &c.) in zu reichlicher Menge vorhanden, so ver...ackt sich Kupfer, fehlt es daran, so entsteht ein sehr unrei... Schwarzkupfer, mit dessen abnehmendem Kupfergehalt der ...ferverlust beim Gaarmachen wächst. Letztere Operation ist

an und für sich unvollkommen und wegen der dabei erforderlichen hohen Temperatur und der stets nöthigen Aufmerksamkeit des Probierers sehr beschwerlich.

Je kupferärmer das Probiergut wird, desto unzuverlässiger wird das Resultat der Proben.

Bei allen dokimastischen Kupferproben auf trockenem Wege steht das im Probiergute enthaltene Silber oder güldische Silber nicht zu entfernen, und es hat sich solches meist ziemlich vollständig in dem ausgebrachten Kupfer angesammelt. Diese Kupferproben geben überall gar keine Kenntnis, ob Silber oder Gold vorhanden ist oder nicht; deshalb muss der Gehalt des Probierguts an diesen Metallen durch eine besondere Probe an solche aufgesucht und ermittelt werden. Ist er gefunden und beträchtlich genug, so wird er von dem Gewichte des Kupfers in Abrechnung gebracht.

Man findet die trockene Probe auf Hüttenwerken meist noch in Ausführung, wo dieselbe auch in den Händen weniger wissenschaftlich gebildeter, als geschickter Probierer bei einmal gekannter Beschaffenheit des Probiergutes und gehöriger Übung in Ausführung der einzelnen Manipulationen Resultate gibt, die für den Betrieb der Kupferarbeiten im Grossen genügen.

Zweites Kapitel.

Kupferproben auf nassem Wege

I. Proben für kupferreichere Substanzen.

§. 51. Modificierte schwedische Kupferprobe, auf den Oberharzer Hütten in Anwendung.

Älteres Verfahren.

Dieselbe besteht im Allgemeinen darin, die kupferhaltige Substanz (Erz, Hüttenproduct, Legierung &c.) in Lösung zu bringen und aus dieser das Kupfer durch Eisen zu fällen. Dies geschah früher meist auf die Weise, dass man das feingeriebene Probiergut mit Schwefelsäure zur Trockne dampfte, die trockene

it etwas Säure versetzte Masse auslaugt und aus der etwas wärmten Lösung durch einen nahe 1/4" dicken Eisenstab das upfer allmählig ausfällt [1]).

Dieses Verfahren leidet an mehreren Übelständen. Manche roducte schliessen sich mit Schwefelsäure schwer auf, weshalb ie damit zur Trockne gedampfte Masse oft wiederholt mit Säure ehandelt werden muss. Das Ausfällen des Kupfers dauert —8 Stunden und länger, wobei leicht eine Bildung von basischen Salzen, welche das Kupfer verunreinigen, eintritt. In olge dessen ist dieses Verfahren zeitraubend und unzuverlässig.

Diese Mängel werden durch das nachstehende, auf den Oberharzer Hütten auf meine Veranlassung eingeführte Verfahren [2]) beseitigt:

Neueres V fahren.

1 Probiercentner feingeriebenes Erz &c. wird in einem Digerierglase mit möglichst wenig Königswasser (2 Theilen roher Salzsäure und 1 Theil roher Salpetersäure) im Sandbade erwärmt und sobald die gehörige Zerlegung des Probiergutes eingetreten ist, zur Austreibung der Salpetersäure mit einigen Tropfen Englischer Schwefelsäure bis fast zur Trockne erhitzt. Bei Anwesenheit von Salpetersäure würde das Kupfer durch Eisen nur unvollständig gefällt werden; ein Salzsäuregehalt schadet nicht. Auch durch Erhitzen der Salpetersäure enthaltenden Lösung mit Eisenvitriolkrystallen lässt sich die Salpetersäure zerstören, allein die Arbeit verläuft dabei weniger reinlich, als bei Anwendung von Schwefelsäure.

Die noch feuchte Masse wird vorsichtig mit heissem Wasser aufgeweicht, in ein Digerierglas filtriert, der keine Erztheilchen &c. mehr enthaltende Rückstand mit kochendem Wasser einige Male ausgesüsst (bis ein Tropfen des Aussüsswassers auf einem blanken Eisendraht keinen bräunlichen Überzug von Kupfer mehr ansetzt), das Filtrat, etwa 150—160 Cubiccentimeter, mit einigen

---

[1]) Karsten's und v. Dechen's Archiv XII, 567. — Bergwerksfreund I., 409; II, 305.

[2]) Kerl in Berg- u. hüttenm. Ztg. 1854, Nr. 5; 1855, pag. 33. — Österr. Zeitschr. 1854, Nr. 29; 1855, Nr. 5. — Dingler's polyt. Journ. CXXXI., 234. — Otto-Graham's ausführliches Lehrbuch der Chemie 1854, II. Bd., 3te Abthl., pag. 236.

Eisendrahtstiften von etwa 2″ Länge und 2‴ Dicke s
nahe zum Kochen erhitzt, bis sich an einem in die Lös
gehaltenen blanken Eisendraht kein bräunlicher Übe
bildet. Das Herannahen dieses Punctes wird durch
loswerden der Lösung angezeigt. Sollte beim Einda
Schwefelsäure die Masse trocken geworden sein, so fe
sie vor dem Filtrieren, um gebildete basische Salze löslich
mit einigen Tropfen Schwefelsäure an. Man thut die Eise
in die mit dem Aussüsswasser verdünnte Lösung u
nicht die concentrierte Lösung auf dieselben, weil sie
mit Kupfer so schnell und fest überziehen, dass sich
schwierig davon trennen lässt. Die Eisendrahtstifte n
der Grösse des angewandten Digerierglases entsprec
solcher Länge, dass sie sich in demselben kreuzen, u
sigkeit möglichst viel Berührungsfläche darzubieten.

Nachdem die Fällung beendigt, giesst man das
voll heisses Wasser, decantiert dasselbe nach einiger Z
kein Kupfer mit fortgeht, giesst abermals das Glas v
Wasser, hält eine Porzellanschale (Tassenschale) da
dreht das Glas mit derselben so um, dass mit etwas
die Drahtstifte nebst dem Kupfer in die Schale sinken
vollständig geschehen, so zieht man das Digerierglas
gewissen Handgriff durch seitliche Schiebung rasch aus
weg, befreit die Eisenstäbe durch Reiben mit den Fi
dem nicht fest anhaftenden Kupferüberzug, spült die
ab und wässert das Kupfer durch 2—3maliges Decan
heissem Wasser gut aus. Dabei kann man die ab
Flüssigkeiten in ein Becherglas thun und einige Zeit r
lassen, um etwa darin suspendiertes, äusserst fein
Kupfer noch zum Absatz zu bringen. Dasselbe ist ni
wechseln mit den aus den Eisenstäben abgeschieden
theilchen, welche beim Abgiessen theilweise mit fortg
der kurzen Zeit der Kupferfällung lösen sich nur wenig
Kohlen- und Eisentheilchen von den Drahtstiften ab,
älteren Probe, und das Kupfer wird mit rein metallis
gefällt, ohne im mindesten mit basischen Eisensalzen
nigt zu sein.

Das vom Wasser möglichst (nöthigenfalls durch Wegziehen des Wassers durch Löschpapier) befreite feuchte Kupfer wird bei gelinder Wärme in einer von sauren Dämpfen freien Atmosphäre so lange getrocknet, bis zwei auf einander folgende Wägungen dasselbe Resultat geben. Durch Zusatz von Weingeist zum feuchten Kupfer kann man einer Oxydation desselben entgegenwirken, sowie auch durch Bedecken der Schale. Allzu grosse Ängstlichkeit beim Trocknen ist nicht erforderlich, da selbst bei etwas höherer Temperatur die Gewichtszunahme nur sehr gering ist, so lange das Kupfer die ihm zukommende Farbe beibehält. Man darf das Fällkupfer nicht zu lange mit freier Schwefelsäure in Berührung lassen, da es von derselben oxydiert wird.

Anwendbarkeit des Verfahrens.

Dieses Verfahren lässt sich ohne Weiteres nur dann anwenden, wenn in der zu untersuchenden Substanz keine anderen Metalle (Zinn, Antimon, Arsen, Gold, Wismuth) vorhanden sind, welche vom Eisen ebenfalls niedergeschlagen werden. Dies ist zwar auch der Fall mit Silber, Blei und Quecksilber, allein diese Metalle lassen sich auf einfache Weise beseitigen. Silber und Blei bleiben im ungelösten Rückstand, ersteres als Chlorsilber, letzteres als schwefelsaures Salz, und können darin alkimastisch bestimmt werden, nachdem das Filter verkohlt worden. Quecksilber (z. B. in manchen Fahlerzen enthalten) schlägt sich zwar mit dem Kupfer nieder, verflüchtigt sich aber beim Glühen des Kupfers in einem Porzellantiegel oder auf einem Röstscherben unter der Muffel, wobei das Kupfer in pulverförmiges schwarzes Oxyd übergeht und als solches nach je zwei Glühungen gewogen wird. 100 Kupferoxyd enthalten 79,826 metallisches Kupfer. Durch Befeuchten mit Salpetersäure vor dem Glühen lässt sich die Oxydation begünstigen.

Kupferschiefer müssen vor der Behandlung mit Königswasser zur Entfernung des Bitumens ausgeglüht werden. Lässt die Substanz durch Königswasser nicht vollständig zersetzen, wie manche Schlacken, so schmilzt man dieselben zuvor im gepulverten Zustande mit etwa 2—2½ Theilen Pottasche oder calcinierter Soda in einem Thontiegel bei Rothgluth unter der Muffel oder in einem Platintiegel über der Spirituslampe. Enthält das Probiergut Kalk, so bildet sich schwerlöslicher Gyps,

welcher indes durch wiederholtes Auswässern des Kupfers mit kochendem Wasser weggelöst werden kann.

Ein Gehalt der zu untersuchenden Substanz an Eisen, Nickel, Kobalt, Mangan und Zink schadet nicht, indem deren schwefelsaure Salze durch Eisen nicht zerlegt werden.

Während bei dem älteren Verfahren eine Probe 1—2 Tage dauern konnte, in welcher Zeit sich allerdings gleichzeitig soviel Proben anstellen liessen, als sonst die Einrichtung gestattete, so nehmen sämmtliche Operationen dieses neueren Verfahrens nur $2\frac{1}{2}$—3 Stunden in Anspruch bei einem Kupfergehalt von 2—70 Procent Kupfer und mehr.

Was die Genauigkeit der Probe anbetrifft, so lässt dieselbe bei passenden Substanzen, wie die Erfahrungen auf den Oberharzer Hütten und von Huberts [1]) Untersuchungen gezeigt haben, als Betriebsprobe nichts zu wünschen übrig. Auf den gedachten Hütten sind den verschiedenen Probierern 2 Procent Differenz gestattet, was jedoch sehr reichlich ist.

Mohr's Modification.

Mohr [2]) hat dieser Probe dadurch eine analytische Genauigkeit gegeben, dass derselbe sämmtliche Operationen möglichst in demselben Gefässe vornimmt, das Aussüssen sorgfältig ausführt und statt mit Kohle abscheidendem Eisen mit gekörntem kohlefreiem Zink das Kupfer fällt. Als Betriebsprobe ist indessen wegen seiner einfacheren Ausführbarkeit das Oberharzer Verfahren vorzuziehen.

Erweiterung des Oberharzer Verfahrens.

Kommen in der zu probierenden Substanz Wismuth, Gold, Zinn, Antimon oder Arsen vor, so bedarf das beschriebene Verfahren verschiedener Modificationen, je nachdem Arsen abwesend ist oder nicht. Ein Wismuthgehalt, der übrigens selten (z. B. in manchen Fahlerzen, Kupferwismutherz) vorkommt, bedingt auch ein eigenes Probierverfahren.

a. Arsen ist abwesend. 1 Probiercentner Erz &c. wird mittelst Salpetersäure bei mehr oder weniger hoher Temperatur

---

[1]) Oesterr. Zeitschr. 1854, Nr. 29. — Berg- u. hüttenm. Ztg. 18 Nr. 5.

[2]) Annalen der Chem. u. Pharmac. XCII., 215. (November 1855.)

[3]) Kerl in Mittheil. des Clausthaler naturwissenschaftl. Vereins M Herausgegeben v. B. Kerl und B. Osann. Hft. I., p. 9. Halle 18

zerlegt, wobei Gold, Antimonoxyd und Zinnoxyd im Rückstand bleiben, so wie auch Silber, wenn man zur Lösung etwas Kochsalz setzt. Man filtriert, dampft das Filtrat zur Entfernung der Salpetersäure und zur Abscheidung von etwa vorhandenem Blei mit Schwefelsäure (p. 217) ein, süsst mit etwas Wasser aus und fällt aus dem Filtrat das Kupfer in gewöhnlicher Weise aus. Ein Quecksilbergehalt wird in der oben (p. 219) angegebenen Weise beseitigt.

b. Arsen ist anwesend. 1 Probiercentner Erz wird in einem Becherglase oder einem geräumigen Kolben durch möglichst wenig Königswasser zersetzt, die freie Säure durch etwas Soda abgestumpft, oder bis zur Ausscheidung eines Niederschlages eben übersättigt und die Masse mit überschüssiger Schwefelnatriumlösung einige Zeit (etwa $^1/_2$—$^3/_4$ Stunden) fast bei Kochhitze digeriert. Die Schwefelnatriumlösung wird durch Glühen und Auslaugen eines Gemenges von 1 Theil entwässerter Soda und ½ Theil Kohlenstaub oder Mehl bereitet. Man setzt der filtrierten Lösung dieses Salzes Schwefelblumen im Überschusse zu, welche sich theilweise darin auflösen und die Lösungsfähigkeit des Salzes für die electronegativen Schwefelungen des Goldes, Antimons, Arsens und Zinnes unter Bildung von Schwefelsalzen erhöhen, während Silber, Blei, Kupfer, Quecksilber, Eisen, Zink, Mangan, Nickel und Kobalt davon geschwefelt, aber nicht gelöst werden. Beide Gruppen von Schwefelmetallen trennt man durch Filtrieren und wässert die letzteren, auf dem Filter bleibenden Schwefelungen mit kaltem Wasser gut aus, indem man dann die Spitze des Trichters mit dem Finger zuhält, wird auf das Filter etwas concentrierte Salpetersäure gegossen und die Wände des allmählig gedrehten Trichters mittelst einer Spirituslampe vorsichtig erhitzt. Dabei lösen sich die Schwefelungen theilweise in der Säure, trennen sich aber vollständig von dem Filter ab, so dass man dieselben nach dessen Durchstossung ohne Schwierigkeiten in ein Digierglas spritzen kann. Hierin werden sie durch Erhitzen von der Salpetersäure vollständig zersetzt, diese unter gleichzeitiger Abscheidung von Blei durch Erhitzen mit Schwefelsäure entfernt und wie vorhin verfahren (p. 218).

c. Wismuth ist anwesend. Nachdem nöthigenfalls die sub a oder b angeführte Weise Gold, Antimon, Arsen Zinn entfernt worden, setzt man zu der erhaltenen kupfer- wismuthhaltigen Lösung kohlensaures Ammoniak im Übersch wobei sich das Kupfer auflöst, während Wismuth, Blei Quecksilber als kohlensaure Salze gefällt werden. filtriert nach einiger Zeit die blaue Kupferlösung ab, übers das kohlensaure Ammoniak mit Schwefelsäure und fällt au Lösung das Kupfer durch Eisen aus. Sollte in der von Antimon, Arsen und Zinn befreiten Lösung viel Eisen und T erde enthalten sein, so entsteht beim Fällen mit kohlensa Ammoniak ein schleimiger Niederschlag, der viel Kupfer zu halten kann. In solchem Falle dampft man die Lösung mi was Schwefelsäure ab und fällt in gewöhnlicher Weise das K durch Eisen. Da ersteres aber Wismuth und Quecksilber hält, so muss es in Salpetersäure gelöst und die Lösung, angegeben, mit kohlensaurem Ammoniak behandelt we

Synthetische Versuche mit den verschiedensten Composit haben ergeben, dass diese modificierte Probe bei Kupfergeh von 2—70 Procent und mehr Kupfer als dokimastische Probe reichend genaue Resultate liefert. Man erhielt entweder de gewogenen Kupfergehalt genau wieder, oder es fand bei den re ren Erzen eine Differenz bis höchstens 2 Procent bei meh Proben ein und derselben Art statt.

Mittelst der Oberharzer Probe und der Heine'sch lorimetrischen Probe (p. 223) lassen sich die Kupfergehalte in reicheren und ärmeren Substanzen hinreichend genau dokima bestimmen, und zwar nach der Oberharzer Probe Gehal zu 2—3 Procent, nach der Heine'schen die darunter lieg bis zu 0,03 Procent.

§. 52. Colorimetrische Kupferproben.

Theorie. Dieselben beruhen darauf, dass Ammoniak, den Auflös von Kupfersalzen im Überschuss zugesetzt, eine schöne lasur Farbe hervorbringt, deren Intensität von der gelösten K menge abhängt. Durch Vergleichung der blauen Farbensch rungen gleich dicker Schichten der in Lösung gebrachten a

kalischen Probesubstanz (Probeflüssigkeit) mit einer dem Kupfer-
halte nach bekannten ammoniakalischen Normal- oder Muster-
ssigkeit lässt sich der Kupfergehalt in ersterer berechnen, wenn
n ihr Volumen misst.

Dem Hüttenmeister Heine im Mansfeldischen gebührt
Verdienst, diese Reaction zuerst mit Glück zur Bestimmung
inger Kupfergehalte angewandt zu haben, und später ist die-
e von Jacquelain, von Hubert und Müller auch auf
Bestimmung grösserer Kupfermengen ausgedehnt worden.

f. Heine's colorimetrisches Verfahren [1]).

Allgemeines Verfahren.

Zur dokimastischen Bestimmung des Kupfergehaltes in kupfer-
n Körpern, z. B. in Schlacken, Bleisteinen, Glätte, Werkblei
nderen bleiischen Hüttenproducten, Zinn, Blicksilber &c.,
in allen Körpern, welche von einer Spur bis etwa 1 Pro-
oder wenig mehr Kupfer enthalten, wendet man am zweck-
gsten dieses Verfahren an.

achdem das Probiergut in einen möglichst hohen Grad
echanischen Zertheilung gebracht ist, was man bei Schlacken
sten durch ein Durchbeuteln (p. 83) oder Schlämmen erreicht,
1 Centner (3—4 Gramm) davon abgewogen und durch eine
ide Säure — je nach der Beschaffenheit und dem beson-
Verhalten des Körpers, Salpetersäure oder Königswasser und
erstere nach Erfordernis concentriert oder etwas verdünnt —
ung gebracht oder doch so vollständig zersetzt, dass im
trierenden und gut auszusüssenden Rückstande kein Kupfer
zurückbleibt. Die Lösung wird entweder sofort, oder
em das Kupfer zuvor durch Schwefelwasserstoffgas oder
ausgefällt und wieder in Lösung gebracht ist, mit Ätzam-
k stark übersättigt und der dadurch etwa entstehende
schlag noch längere Zeit und unter öfterem Umrühren
nz gelinder Erwärmung (30—40° C.) mit dem Ätzammo-
paceriert, dann abfiltriert und gut ausgewaschen. Je nach
rösse des Kupfergehalts und nach dem Grade der Ver-
ng wird die gewonnene Lösung, welche, wenn sie etwa

[1]) Bergwerksfreund I., 33; XVII., 405.

trübe werden sollte, nochmals rasch filtriert werden muss (z. bei Frischblei, Werkblei), mehr oder weniger stark blau gefä erscheinen. Das Volum der Lösung wird in graduierten Gefäs gemessen und die Intensität der Farbe mit Flüssigkeiten v glichen und bestimmt, welche als Musterflüssigkeiten vorher zu reitet sind und auf ein bestimmtes Volum eine bestimmte, ge gewogene Menge Kupfer enthalten, welches in Salpetersäure löst, durch Ätzammoniak gefällt und im Überschusse desse wieder aufgelöst wurde. Aus dem gemessenen Volum und durch Vergleichung gefundenen Intensität wird dann der Kupf gehalt durch Rechnung gefunden.

sterflüssig- keiten.

Heine schlägt Musterflüssigkeiten vor mit einem Geh von 1, 2, 3 und 4 Probierloth Kupfer auf 1 Unze (2 Loth Hand gewicht) der ammoniakalischen Flüssigkeit. Man reicht mit sen 4 Musterflüssigkeiten völlig aus.

Bei Anwendung von französischem Mass und Gewicht ni man Musterflüssigkeiten mit 0,001, 0,002, 0,003 und 0,004 Gra Kupfer auf je 25 Cubiccentimeter Flüssigkeit.

Die zum Vorrichten der Musterflüssigkeiten, wie zum Abme der Probeflüssigkeiten erforderlichen graduierten Gefässe (Cylind kann man leicht selbst anfertigen. Man wiegt ¼ Unze Wa zu verschiedenen Malen ab und bemerkt nach dem Eingie in den Cylinder, wie hoch ihr Stand ist, auf eine dauerh Weise an, durch einen Diamantstrich, Ätzen mit Flusssäuredämp &c. Auch kann man sich der bekannten Mensuren bedien welche nach dem Volumen, welches 1, 2, 4 &c. Unzen Wa einnehmen, gefertigt und markiert sind und von Steingut o Porzellan im Handel vorkommen.

Das Messen nach dem Volum durch ein Abwiegen zu setzen, ist nicht ausführbar, weil bei den Proben die Qual und Quantität derjenigen Körper sehr wechseln kann, wel in Säuren löslich und durch Ammoniak nicht ausfällbar sind, o von ihm wieder aufgelöst werden.

Bei Herstellung der Normalflüssigkeiten wiegt man 2 P bierpfund chemisch reines (galvanisches) Kupfer auf einer gu Wage ab, löst es in Salpetersäure, übersättigt die Lösung m Ammoniak, bringt sie in einen Masscylinder, der in ganze, hall

und Viertel-Unzen Wasserinhalt getheilt ist, und fügt so viel Wasser hinzu, bis die Flüssigkeit an den Theilstrich bei 16 Unzen reicht. Die Flüssigkeit enthält alsdann $\frac{64}{16} = 4$ Loth Kupfer pro Unze. Dann nimmt man 6 Unzen dieser 4löthigen Lösung, fügt 2 Unzen Wasser hinzu und erhält 8 Unzen Flüssigkeit mit $6 \times 4 = 24$ Probierloth Kupfer oder $\frac{24}{8} = 3$ Loth Kupfer auf 1 Unze Wasser. Die 2löthige Flüssigkeit entsteht auf ähnliche Weise durch Verdünnung von 4 Unzen 4löthiger auf 8 Unzen, die 1löthige durch Verdünnung von 4 Unzen 4löthiger Normalflüssigkeit auf 16 Unzen. Beim Abmessen der Probeflüssigkeit schätzt man noch $\frac{1}{8}$ Unzen, was genügt. Irrt man sich bei den Verdünnungen wirklich um $\frac{1}{16}$ Unzen, das Maximum der Möglichkeit, so beträgt der Fehler etwa 2 Cubiccentimeter und dieses Quantum ist bei einer Flüssigkeitsgesammtmasse von 200—500 Cubiccentimetern keinen durch das Auge wahrnehmbaren Einfluss auf die Solution.

Die Aufbewahrung der Musterflüssigkeiten, wie die Vergleichung der blauen Probeflüssigkeiten mit ihnen, muss in mit eingeschmirgelten Glasstöpseln verschliessbaren Gläsern geschehen, welche gleiche Form und Grösse haben, aus derselben ungefärbten Glassorte bestehen und mit gleich grosser Glasstärke an den beiden Seitenwänden gefertigt wurden. Letztere Bedingung wird am sichersten durch ein Abschleifen erreicht. Dieses Abschleifen, welches den Preis der Gläser merklich erhöht, ist jedoch nicht unerlässlich nothwendig, wenn die Gläser sorgsam in einer guten Glashütte geblasen und geformt werden. Man gibt den Gläsern am zweckmässigsten eine oblonge Grundfläche. Die Gläser fassen etwa $1\frac{1}{2}$ Unzen Flüssigkeit und sind etwa 2″ lang, $2\frac{1}{2}$″ hoch und 1″ breit bei etwa $\frac{1}{8}$″ Wandstärke.

Sehr zweckmässig fügt man die Gläser aus einer untadelhaften Spiegelglasplatte von durchweg gleicher Stärke zusammen, wobei es durch Anschmelzen oder durch Ankitten der Wände und Einsetzen eines Glas- oder Platinhalses. Man hat bei der bezeichneten Form der Gläser beim Vergleich der Probeflüssigkeit mit der Normallösung eine dreifache Controle, je nachdem man von drei verschiedenen Seiten durch die Flüssigkeit blickt.

Das Digerieren des Probiergut mit Säuren kann in jedem Auflösen.

beliebigen passenden Gefässe, einem Glaskolben, Becherglase mit aufgelegtem Uhrglase &c. geschehen, nur darf kein Stossen und Verspritzen dabei möglich sein. Die Salpetersäure &c. muss nach und nach zugegeben werden. Die Zeit, welche hierzu nöthig ist, kann sehr verschieden sein. Die Zersetzung eines Blicksilbers [1]), Abstrichs &c. mit Salpetersäure ist in kurzer Zeit beendigt; dagegen ist bei Untersuchungen von schwer zersetzbaren Schlacken, bei denen man stets concentrierte Salzsäure oder Königswasser anwenden wird, oft eine 2—3mal 24 Stunden anhaltende Digerierwärme erforderlich. Dabei muss man öfters mit einem Glasstabe umrühren, weil viele Schlacken sich rasch unter Wärmeentwicklung zersetzen, eine dicke Gallerte bilden und eine Kruste auf dem Boden des Glases absetzen. Sub-, Singulo- und Bisilicatschlacken zersetzen sich meist leicht, höher silicierte widerstehen der völligen Zersetzung durch Königswasser und dann ist ein vorgängiges aufschliessendes Glühen oder Schmelzen mit Pottasche oder calcinierter Soda, oder besser einem Gemisch von beiden (pag. 96) erforderlich, ganz in der Art, wie es bei der nassen Kupferprobe pag. 219 angegeben wurde. Auch hier ist es unschädlich, wenn etwas von der Tiegelmasse anhaftend geblieben ist.

Die Aufschliessung der Schlacken durch Säure ist vollständig geschehen, wenn man beim Umrühren mit einem Glasstabe kein Knirschen mehr wahrnimmt.

Nachdem heisses Wasser zu der aufgeschlossenen Probe gefügt worden, sammelt man den Rückstand auf einem Filter, süsst denselben gut aus, ohne zu stark zu verdünnen, und fällt nöthigenfalls das Kupfer aus der Lösung durch Schwefelwasserstoffgas, wenn nämlich im Probiergute ein merklicher Thonerde- und Eisengehalt vorhanden ist, deren schleimige Niederschläge nach dem unmittelbaren Fällen mit Ammoniak stets Kupfer zurückhalten. Dieses Ausfällen des Kupfers hat noch den Vorzug, dass bei der nicht eintretenden Fällung von Kobalt und Nickel

---

[1]) Bei Blicksilber kann man nach dem Auflösen in Salpetersäure das Silber mit Kochsalz fällen, das Chlorsilber abfiltrieren, aussüssen und nun der Lösung erst Ätzammoniak zusetzen.

rbende Einflüsse bei etwaigem Vorhandensein beseitigt
Da das Schwefelkupfer zu seiner Auflösung nur weni-
fen Salpetersäure bedarf, so entsteht bei demnächstiger
ng der Lösung mit Ammoniak nur eine geringe Menge
und das specifische Gewicht der gefärbten Flüssigkeit
ehr wenig von dem des Wassers und der Normal-
Mit der Vergrösserung des specifischen Gewichtes der
ng wird ihr Volum erheblich vermehrt und dasselbe
bei unmittelbarer Fällung mit Ammoniak zu gross ge-
Ist die Fällung mit Schwefelwasserstoffgas während
den beendigt, so filtriert man das Schwefelkupfer ab,
elbe mit Schwefelwasserstoff enthaltendem kalten Wasser
ocknet das Filter, glüht dasselbe in einem Porzellantie-
rmt das gebildete Kupferoxyd mit einigen Tropfen Sal-
oder Königswasser, übersättigt mit Ammoniak, filtriert
ht bis zum Verschwinden der blauen Farbe aus.
ger zeitraubend ist ein Ausfällen des Kupfers mittelst
n (pag. 217) aus einer mit Schwefelsäure einge-
Lösung und Auflösung des Kupfers in Salpetersäure [1]).
Kupfer nicht vorher ausgefällt, so können Fehler bis
n 30 Procent und mehr am Kupfergehalte entstehen.
ederholtes Auflösen des Eisenniederschlages und Fällen
oniak lässt sich nicht alles Kupfer ausziehen.
Untersuchungen von Bleiglätte kann man wohl das
in Salpetersäure umgehen. Man kann aus ihr das
d sogleich mit Ätzammoniak ausziehen; doch muss
Glätte und Ammoniak bei sehr fleissigem Umrühren
s 24 Stunden auf einander einwirken lassen und ausser-
s die Glätte sehr fein aufgerieben sein.

Vergleichung der Probeflüssigkeit mit der Normalflüssigkeit.

durch die Probe erhaltene ammoniakalische Lösung
gut umgerührt, damit sie völlig gleichförmig sich mit
en Aussüsswasser mengt, dann, ganz oder auch nur
in ein reines Probeglas gegeben und mit den in
formten, auf einem Bogen weissen Papier stehenden,
befindlichen Musterflüssigkeiten verglichen. Sollte sie

[1]) in berg- und hüttenm. Ztg. 1855, p. 34.

keiner derselben in der Intensität ihrer Färbung entsprechen, wird die gesammte Flüssigkeit etwas mit Wasser verdünnt, dieses der Fall geworden ist. Hierauf wird ihr Volum in nach Unzen graduierten Gefässen gemessen und notiert. Controle kann man die Verdünnung noch weiter treib bis die Färbung der Probe der nächst schwächer gefärb Musterflüssigkeit entspricht und dann von neuem das verg serte Volum messen. Dieses könnte vielleicht noch einmal derholt werden, wird aber immer unsicherer. Die Berechn des Kupfergehalts aus der gefundenen Intensität und dem Vol bietet dann keine weitere Schwierigkeit dar.

Angenommen, die Probeflüssigkeit stimmt mit der Norma lösung von 4 Loth Kupfer pro Unze Wasser und ihre Menge be trägt 5 Unzen, so ist der Kupfergehalt im Centner Probierg 5.4 = 20 Loth. Diese Flüssigkeit weiter verdünnt, bis sie de Normallösung mit 3 Loth Kupfer gleicht, muss man $6\frac{2}{3}$ Unze messen, wenn der gefundene Gehalt von 20 Loth bestätig werden soll.

Nach Heine's Erfahrungen beträgt bei der beschriebene Vergleichung und Messung der mögliche Beobachtungsfehler i Maximo bei den stärkeren Normallösungen (bei 16 Loth un darüber) $\frac{3}{4}$—1 Loth, bei den schwächeren kaum $\frac{1}{2}$ Loth Kupfe In einem Centner Probiergut kann man noch 1 Loth Kupf = 0,03 Procent sicher bestimmen.

Le Play [1]) ermittelte in feingepulverten und sorgfältig g schlämmten Kupferschlacken den Kupfergehalt in 1 Gramm den ärmsten Schlacken auf $\frac{1}{2}$ Milligramm und bei den reichst Schlacken auf 1 Milligramm unter Anwendung von 26 Must flüssigkeiten mit verschiedenem Kupfergehalt in cylindrisch Gläsern. Die Vergleichung der Farben in runden Gefässen unsicherer, als in oblongen, da in ersteren das Licht zerstr und Schatten hervorgerufen wird.

Ist in einem Körper so wenig Kupfer enthalten, dass

---

[1]) Le Play, Beschreibung der Hüttenprocesse, welche in Wales Darstellung des Kupfers angewendet werden. Deutsch von Ha mann. 1851.

ann, dass ein neuer Zusatz desselben nöthig wird.

ese Probiermethode findet bei einem steigenden Kupferge- Grenzen der
es Probierguts leicht die Grenze ihrer Genauigkeit, weil Probe.
rk kupferhaltigen und demnach stark blau gefärbten Flüs-
n die Beobachtungsfehler bald mehrere Lothe betragen.
nn durch starke Verdünnungen helfen zu wollen, liefert
eine genaueren Resultate, weil ein kleiner Beobachtungs-
ei der Intensitätsbestimmung sich durch die grössere An-
r Unzen bei Berechnung des Gehaltes um so mehr ver-
t.

Nickel im Probiergute enthalten, so kann die Probe in Störende
egebenen Art nicht ausgeführt werden, weil durch die Agentien.
der Nickelgehalt ausgezogen wird und sich dieser eben-
blauer Farbe in Ätzammoniak löst. Durch einen starken
n-, Kobalt- oder Chromgehalt könnte die Probe
sicher werden, indem sie den Ton der blauen Färbung
ig machen. Chrom steht durch ein leichtes Aufkochen
noniakalischen Flüssigkeit vollständig zu entfernen, nicht
lt. Ein Vanadin- oder Molybdängehalt schadet nicht.

Nickel oder viel Kobalt und Mangan im Pro-
enthalten, so muss die durch Säuren gewonnene und
rte, jedoch weiter nicht verdünnte Flüssigkeit zuerst
metallisches Eisen zersetzt werden. Was sich durch das

gedehnt, und durch von Hubert ist dieses Verfahren weit ausgebildet worden. Man bereitet nach demselben eine Lösu irgend einer genau abgewogenen kupferhaltigen Substanz, verse diese mit Ammoniak im Überschuss, misst die ammoniakalisc Lösung (Probelösung) auf ein bestimmtes Volumen und verdü einen kleinen, ebenfalls abgemessenen Theil der gemessenen Lösu so lange mit Wasser, bis ihre blaue Farbe gleiche Intensität r der blauen Farbe einer andern, gleichfalls kupferhaltigen u ammoniakalischen Lösung (Normallösung) zeigt, deren Kupfer halt ein für allemal bekannt ist. Es lässt sich dann aus d Menge des zugegebenen Wassers, um die blauen Farbenintens täten beider Flüssigkeiten einander gleich zu bringen, der Kupf gehalt der zu untersuchenden Substanz durch Rechnung ermitte

Normallösung. Die Normallösung wird bereitet durch Auflösen von Gramm chemisch reinem Kupfer in schwacher Salpetersäure, Z gabe von Ammoniak im Überschuss und Verdünnung mit dest liertem Wasser, bis das Ganze bei 12° C. 1 Liter = 1000 Cub centimeter beträgt. Die Lösung wird filtriert und in einer m eingeriebenem Glasstöpsel versehenen Flasche aufbewahrt.

Probeflüssigkeit. Zur Bereitung der Probeflüssigkeit bringt man bei Substa zen, deren Kupfergehalt 1,5 bis zu den höchsten Procenten b trägt, 2 Gramm und bei ärmeren Substanzen 5 Gramm un den bei der Heineschen Probe angegebenen Vorsichtsmassreg (pag. 225) in eine ammoniakalische Lösung, welche man einem Kupfergehalte über 5 Procent auf 200 Cubiccentimet bei 2—5 Procent Kupfergehalt auf 150 C.C., und bei 2 Proc und darunter auf 100 und nach Bedarf auch auf etwa 90, 60, 50 C.C. misst, je nach der Intensität der Flüssigkeit. N bei äusserst geringen Kupfermengen wird man die Probeflüss keit auf ein geringeres Volumen abdampfen, um noch die co rimetrische Probe mit Schärfe vornehmen zu können.

Vergleichung von Normallösung und Probeflüssigkeit. Die Vergleichung der Farbenintensität der Probeflüssigk mit der Normalflüssigkeit geschieht auf zweierlei Art, je nachd die auf ein bestimmtes Volumen gemessene erstere dunkler o lichter ist, als letztere, was man sieht, wenn ein kleiner beliebi Theil von beiden in je eine Glasröhre von 9 Millimeter lich Weite, 12 Centimeter Länge und gleicher Wandstärke gegos

erhalten, so ergibt sich daraus der procentische Kupferg nach folgendem Kettensatze:

X	100 Gramm.
2	200 C. C. Probeflüssigkeit.
5	8,2 C. C. verdünnte Probe- oder Normallösu
5	0,0025 Gramm Kupfergehalt.

$X = 8{,}2$ Procent Kupfer.

b. Die Probeflüssigkeit ist heller als di mallösung. In diesem Falle verdünnt man 5 Cubicc Normallösung, bis ihre Intensität gleich jener der auf ein bes Volumen gemessenen Probelösung ist, wobei man sich z gleichung grösserer Röhren von 9 Millimeter lichter bedient.

Hat man z. B. 2 Gramm Probesubstanz abgewogen, 150 Cubiccent. Probeflüssigkeit erhalten und zur Erlangung Intensitäten 5 Cubiccent. Normallösung auf 8,4 Cubicce dünnt, so beträgt der Kupfergehalt X nach dem nachste Kettensatze 2,205 Procent.

X	100 Gramm.
2	150 Cubiccent. Probelösung.
8,4	5 Cubiccent. Normallösung.
5	0,0025 Gramm Kupfer.
16,8	37,500 = 2,205 Procent.

Beurtheilung leerer Probe.

Diese Probe eignet sich für alle kupferhaltigen Sub da Nickel, Kobalt und Mangan, welche auf das Resultat ur einwirken würden, ohne besondere Schwierigkeiten zu er sind (pag. 230). Dieselbe ist leicht, auch von in anal Arbeiten weniger Geübten zu erlernen, in einigen Stunden führen und weit weniger kostspielig, als die trockene Probe. sich durch dieselbe ein Kupfergehalt von 2—1 Zehntel noch mit Schärfe bestimmen.

Heine [1]) zieht indessen, wenn es auf die Ermittelu geringen Kupfergehaltes ankommt, sein Verfahren vor, ind

[1]) Bergwerksfreund XVII., 405.

Colorimetrie ein richtiges ist, dass nämlich die Farbenintensi einfach dem färbenden Mittel proportional ist.

Da kupferarme, ammoniakalische Lösungen häufig einen St ins Grünliche zeigen, so bereitet v. Hubert für solche e Normallösung durch Auflösen von 0,1 Gramm Kupfer und V dünnen bis zu 1 Liter Flüssigkeit.

3. A. Müllers [1]) Probe mit dem Complementair Colorimeter.

sen dieser Probe

Müller hat die Unsicherheiten der Farbenvergleich welche durch unmittelbare Beschauung entstehen, durch ein n Colorimeter zu beseitigen gesucht, welches sich auf die Neu lisation der zu messenden Farbe durch ihre Complementairfa stützt. Für kupferhaltige ammoniakalische Flüssigkeiten ei sich je nach deren Beschaffenheit ein mehr oder weniger rö liches Gelb.

Das Verfahren, über dessen detaillierte Ausführung auf d Müllerschen Publicationen verwiesen werden muss, besteht i Wesentlichen darin, unter Abhaltung des seitlichein fallenden Licht für eine verdünnte ammoniakalische Lösung von bekannte Kupfergehalt die Höhe der Flüssigkeitssäule nach Mil metern zu suchen, bei welcher mit einer über die Flüssi keit gebrachten complementair gefärbten Glasplatte der Neutra tätspunct, d. h. weisses Licht hervortritt. Für jede mit derselb Glasplatte angestelle Prüfung einer Probeflüssigkeit ergibt si der Gehalt an färbendem Stoff durch umgekehrte Proportionali der wirksamen Flüssigkeitssäulen. Wird noch das Volumen d Probeflüssigkeit, was direct mit grosser Schärfe im Appara selbst geschieht, gemessen, so hat man alle Daten zur Berec nung des Kupfergehaltes in der Probesubstanz, nachdem die nöt gen Correcturen, constant für jedes Instrument, in Rücksic gezogen worden.

---

[1]) Das Complementair-Colorimeter von Dr. Alex. Müller. Mit 1 Litho Chemnitz 1854. — Erdmanns Journ. f. pr. Chem. LX., 474. Bergwerksfreund XVII., 406; XVIII., 18, 101, 117; XIX., 1.

muss jedoch die Kupferlösung auf 65—85° C. erhitzt w
weil nur dann eine constante Verbindung von 5 Cu S +
entsteht.

kom. Man giesst zu der von 1 Gramm Probesubstanz erhal
ammoniakalischen Lösung (pag. 225), nachdem dieselbe in
Digerier- oder Bechergläs auf 65—85° C. erhitzt worden
einer Bürette so lange titrierte Schwefelnatriumlösung, bis die
Farbe verschwunden ist. Aus der verbrauchten Sch
natriumlösung, wovon 30—32 Cubiccentimeter etwa 1 G
Kupfer ausfällen müssen, lässt sich dann der Kupfergeha
Probe berechnen.

Nickel und Kobalt verhindern die Reaction wegen
färbenden Eigenschaften etwas.

stellung Behuf Darstellung von Schwefelnatrium erzeugt
Schwefel- sich zuerst Ätznatronlauge. 1 Theil gereinigte krystall
trium. Soda des Handels wird in 5 Theilen Wasser gelöst, in
blanken gusseisernen Kessel zum Sieden gebracht und K
(mit Vermeidung aller hölzernen Spatel &c.) in Pausen vo
gen Minuten so lange eingetragen, bis eine kleine Menge
nach dem Abfiltrieren mit Schwefelsäure nicht mehr
(Den Kalkbrei stellt man dadurch her, dass 1 Theil gebr
Kalk in einem irdenen Gefässe auf einmal mit soviel
übergossen wird, dass dasselbe einige Zoll hoch übe
Kalke steht.)

Man kocht etwa noch ¼ Stunde, lässt sich den Kalk
vom Feuer abgehobenen und mit einem blanken Deche
sehenen Kessel etwa 6 Stunden absetzen, zieht die Lauge
eines Hebers in Flaschen ab, die mit in Wachs gesottenen
sogleich gut geschlossen werden. Man rührt noch einm
Bodensatz mit Wasser an, lässt einige Zeit aufsieden, da
setzen und zieht ab. Die Lauge wird sodann in dem gere
Kessel bis zu einem specifischen Gewichte von 1,16 einge
Nachdem sie in dem bedeckten Kessel kühl geworden,
in Flaschen abgezogen, welche mit in Wachs gesottenen
warm eingesetzten Stöpseln versehen sind. In diese p
Röhren luftdicht ein, eine unten mit einem Quetschhahn
Fig. 93, 94) versehene Heberröhre und eine gewöhnliche

2. Schwarz' Methode mit der Modification von F. Mohr.

Verfahren. Man löst 0,634 Gramm Probesubstanz in Wasser oder Säure auf, bringt die Lösung in eine Kochflasche, stumpft die überschüssige Säure mit Soda ab, setzt eine kleine Menge neutrales weinsaures Kali und Ätzkali oder Ätznatron zu, bis Alles zu einer tiefblauen Flüssigkeit gelöst ist. Geschieht dies nicht sogleich, so setzt man noch etwas weinsaures Kali nach. Zu der auf 40—50° R. erwärmten Lösung gibt man reinen Stärke- oder Honigzucker, oder reinen weissen Honig unter öfterem Schütteln, wodurch sich das Kupferoxyd allmählig reduciert und zuletzt ein brennend rother Niederschlag von Kupferoxydul entsteht, wobei die Flüssigkeit eine gelbliche Färbung annimmt. Bei zu starkem Kochen wird der Niederschlag braunroth. Die verdünnte Flüssigkeit wird auf ein Filter gebracht, der Niederschlag mit heissem Wasser gut ausgesüsst, derselbe nebst Filter in eine weithalsige Flasche gethan und eine gute Menge Kochsalz und dann Salzsäure hinzugefügt, worauf sich das Kupferoxydul zu farblosem Kupferchlorür löst unter Bildung eines leichtlöslichen Doppelsalzes mit dem Chlornatrium. Zu der noch mit dem Filter vermengten Lösung giesst man aus einer Gay-Lussacschen Bürette titrierte Chamäleonlösung (siehe Marguerite's Eisenprobe §. 58 B.) unter beständigem Umschütteln, bis deren Rosafarbe, die durch Oxydation des Kupferoxyduls verschwindet, wieder hervortritt. Die Chamäleonlösung ist so titriert worden, dass 100 Cubiccentimeter 0,56 Gramm Eisen entsprechen. Die verbrauchten Cubiccentimeter geben dann das Kupfer in Procenten an.

Die Berechnung gründet sich darauf, dass 1 Atom Kupferoxydul, Cu^2O, 1 Atom Sauerstoff aus dem Chamäleon zur Bildung von Kupferoxyd aufnimmt; 2 Atom Eisenoxydul, welche 2 Atome Eisen enthalten, nehmen zur Bildung von Eisenoxyd ebenfalls 1 Atom Sauerstoff auf, folglich entspricht 1 Atom Eisen 1 Atom Kupfer oder 28 Eisen 31, 68 Kupfer, so dass sich aus dem Eisengehalt, den die titrierte Chamäleonlösung angibt, der Kupfergehalt berechnen lässt.

Diese Methode gibt genaue Resultate und ist nur wegen des Filtrierens etwas umständlich.

§. 54. Sonstige Kupferproben.

Es sind noch Kupferproben vorgeschlagen von Levol, r und Robert, sowie von Rivot.

Levol's Probe.

1. Levol[1]) behandelt eine ammoniakalische Kupferoxydlösung Abschluss von Luft mit einem gewogenen Kupferstreifen, h welchen das Kupferoxyd in Oxydul übergeführt wird. Aus Verlust, den das Kupferblech erleidet, lässt sich der Kupfer- lt berechnen. Diese Probe ist zwar genau, wenn keine an- n Substanzen anwesend sind, welche das Kupfer oxydieren, n sie erfordert mehrere Tage Zeit und die Kupferbestimmung ieht durch eine Differenz, was immer mislicher ist, als eine te Bestimmung.

Runge's Probe.

Eine ähnliche Probe, wobei man aber statt einer ammonia- chen eine salzsaure Lösung anwendet, ist von Runge[2]) an- ben worden.

Robert's und Byer's Methode.

2. Robert und Byer schlagen das Kupfer aus seiner ng durch einen einfachen galvanischen Apparat auf ein ge- genes Kupferblech nieder, dessen Mehrgewicht dann den ergehalt ergibt. Die Operation dauert 10—12 Stunden es dürfen keine anderen, ebenfalls präcipitierbaren Metalle anden sein.

Rivot's Probe.

3. Rivot[3]) fällt das als Oxydul in Lösung gebrachte Kupfer hwefelcyankupfer $Cu^2 Cy^2 S$, und berechnet aus dessen Ge- t den Kupfergehalt direct oder nachdem dasselbe durch en mit Schwefel in einem bedeckten Porzellantiegel bei Roth- itze in Cu^2S verwandelt worden.

Diese Methode ist zwar genau und allgemein anwendbar, sie erfordert vollständige Bekanntschaft mit den analytischen ationen und die Beachtung einer Menge kleiner Vorsichts- regeln, so dass sie sich von einem analytischen Verfahren unterscheidet.

Bergwerksfreund V., 412.

Dingler's polyt. Journ. LXXIV., 232. — Poggendorf's Ann. XLVII., 618.

Annales des mines 1854, Tom VI., p. 422

Beim Fällen mit Schwefelwasserstoff erhaltenes Schwefe kupfer geht nach dem Trocknen beim Glühen mit Schwefel i Cu^2S über, woraus sich der Kupfergehalt berechnen lässt.

II. Proben für kupferärmere Substanzen.

§. 55. Colorimetrische Kupferprobe.

Allgemeines.

Für kupferärmere Substanzen (Schlacken, Frischblei, Wer blei &c.) eignet sich ganz besonders die Heinesche Metho (pag. 223), indem sich nach derselben geringere Kupfermeng (0,03 Procent) mit grösserer Sicherheit bestimmen lassen, a nach den colorimetrischen Methoden von Jaquelain u von Hubert (0,1 Procent). Mittelst des Müllerschen Compl mentaircolorimeters lässt sich bei 5 Cubiccentimeter Lösung n ein Kupfergehalt von 0,05 Procent bestimmen; das Heinesc Verfahren erfordert aber weniger complicierte und kostspieli Apparate.

Kupferschiefer müssen vor der Behandlung mit Säur geglüht werden.

Dritter Abschnitt.

Proben auf Eisen.

§. 56. Allgemeines.

Zweck der Proben.

Die hier in Rücksicht kommenden Proben bezwecken e weder die Ermittelung des aus Eisensteinen oder einer Eise steinsbeschickung darstellbaren Roheisengehaltes auf trockene Wege, oder die genauere Bestimmung des Eisengeh nassem Wege, oder die Untersuchungen des Schmelz der Eisensteine oder einer Beschickung.

57. Dokimastische Untersuchung derjenigen Eisenerze (Eisensteine), welche der Hüttenmann benutzt, auf den aus ihnen darstellbaren Roheisengehalt.

Eisenerze.

Von den in der Natur vorkommenden eisenhaltenden Mineralien betrachtet der Hüttenmann als Eisenerze oder Eisensteine:

a. die Magneteisensteine, Fe^2O^3, FeO mit 72, 4 Procent und 76—78 Procent Roheisen liefernd;

b. Eisenglanz und Rotheisensteine in allen ihren mineralogischen Unterabtheilungen, Fe^2O^3 mit 70 Procent Fe und 74 Procent Roheisen gebend;

c. die verschiedenen Braun- und Gelbeisensteine, hin auch die Raseneisensteine, Bohnerze, Sumpf-, rast- und Wiesenerze zu rechnen sind, sobald ihr Eigehalt durch erdige Beimengungen nicht zu niedrig erscheint ihr Gehalt an Phosphorsäure nicht bedeutend ist (d. h. bis hstens nur 4 Procent beträgt); Eisenoxydhydrate mit mehr r weniger kieselsaurem, schwefelsaurem, phosphorsaurem und ensaurem Eisenoxyd, Thon &c., mit bis 60 Procent Eisenalt;

d. die Kieseleisensteine (Kieselerde, Wasser, Eisendul oder Eisenoxyd). Sie kommen zwar nicht sehr häufig mitunter aber in solcher Menge, dass sie auf Roheisen vernolzen werden. Andere Mineralien, als Granat, Pistacit, prit, Grünerde, Amphibol, Pyroxen, Basalte &c. sind zwar nies allein das Erz zur Roheisengewinnung, doch werden sie nter sehr zweckmässig als eisenhaltige Zuschläge verwendet gehören sie in Bezug auf ihre Untersuchung für uns zu den eleisensteinen;

e. die Spatheisensteine kohlensaures Eisenoxydul, FeO, , mit wenig kohlensaurer Kalk- und Bittererde, fast immer mehreren (2—15) Procenten kohlensauren Manganoxyduls, urem Zinkoxyde, mit bis 48 Procent Fe;

ohlensaures Eisenoxydul mit wenig
- und Kalkerde und starkem,
Gehalte von Kieselthon oder

Thonerdesilicat nebst 25—43 Procent Wasser, sowie mit meh oder weniger Bitumen (Blackband).

Nicht selten haben die Spatheisensteine und Sphärosiderit eine Zersetzung durch Oxydation, eine Auslaugung, namentlic des Mangangehalts, auch wohl eine Veränderung durch Aufnahm von Wasser erlitten.

In Bezug auf die Probierung sind Eisenfrischschlacken Weissofenschlacken &c. unter die Kieseleisensteine zu rechnen Die Eisenhohofenschlacken &c. geben bei einer doki mastischen Untersuchung keine brauchbaren Resultate und mus deshalb ihre Untersuchung durch die Analyse oder die colori metrische Probe geschehen.

Bei weitem nicht aus allen eisenhaltigen, natürlich vorkom menden oder durch die verschiedenen metallurgischen Operatio nen dargestellten Körpern lässt sich der Eisengehalt derselbe dokimastisch bestimmen. In einzelnen Fällen (unter andern z. B bei den Schlacken der Blei- und Kupferhütten, abge rösteten Bleisteinen &c.) ist zwar ausser bei den wirklichen Eisenerzen eine annähernde dokimastische Bestimmung möglich; au diese Fälle hier einzugehen und sie zu erörtern, erscheint jedoch unpassend, weil fast für jeden einzelnen Fall besondere Vorbe reitungen und Cautelen erforderlich werden. Der Gegenstan ist überhaupt nur von untergeordneter Wichtigkeit und ma muss da, wo es auf genauere Bestimmungen ankömmt, doch ein wirkliche Analyse vornehmen.

Die Eisensteinsproben dienen

Zweck der Eisensteins-proben.

1. zur Controle des Hohofenbetriebes. In allen Eisenerzen, welche, wenn sie auf diesen Namen Anspruch machen sollen, ausser von mehr oder weniger geringen Mengen Mangan nur höchstens von Spuren fremder (schwerer) metallischer Körper begleitet sein dürfen, befindet sich das Eisen im oxydierten Zu stande und bei der dokimastischen Untersuchung derselben kömmt es daher nur darauf an, dieses Eisen zu reducieren und in ein einziges Eisenkorn zusammenzuschmelzen. Diese Re und Schmelzung geschieht im Kohlentiegel, wobei man verhüten kann, dass das ausgeschiedene metallische Eisen oder weniger Kohlenstoff aufnimmt.

Bei den Untersuchungen der Eisensteine auf ihren Eisenge-
alt ist das Resultat der Probe demnach ein Roheisenkönig mit
nehr oder weniger Kohlegehalt, auch wohl mit geringen Bei-
nengungen anderer fremder Bestandtheile, als Mangan, Silicium,
'hosphor, Schwefel &c. Man erfährt also nicht den wirklichen
Eisengehalt, sondern nur die darstellbare Menge Roheisen. Soll-
en geringe Mengen Zink und Blei in den Eisenerzen vorhanden
ein, so werden diese zwar gleichzeitig mit dem Eisen reduciert,
ber ersteres verflüchtigt sich, letzteres zum Theil auch und
er etwa von ihm bleibende Rest verbindet sich nicht mit dem
oheisen. Sie haben demnach auf das Resultat der Probe keinen
Einfluss.

Auch der Hüttenbetrieb erzeugt aus den Eisensteinen mit
ehr wenigen Ausnahmen zünächst nur Roheisen, so dass Probe
nd Hüttenbetrieb sich gegenseitig controlieren können.

Da der Eisenhohofen nur dann in gutem Gange ist, wenn
wirklich eine möglichst vollkommene Reduction stattfindet und da
ohne Gefahr für den Ofen auf längere Zeit keine unvollkommene
Reduction stattfinden kann, so ist der Gang und das Ausbringen
des Hohofens dem Eisenhüttenmanne eine eben so sichere Con-
trole wie die kleine Probe. Das Ausbringen im Grossen pflegt
bald ein Unbedeutendes niedriger, bald eben so wenig höher zu
sein, als es dem Resultate der kleinen Probe nach sein müsste.
In beiden Fällen halten die erzeugten Schlacken eine kleine
Menge Eisenoxydul als Silicat zurück.

2. Häufiger als zur Controle des Hohofens dient die Eisen-
steinsprobe zur Bestimmung des ausbringbaren Roh-
isengehaltes vor dem Ankaufe oder Verschmelzen der
isenerze.

Aus der physikalischen Beschaffenheit des Roheinenkorns
er kleinen Probe auf die Güte des im Grossen ausbringbaren
oheisens zu schliessen, ist nicht immer zulässig, weil je nach
r Temperatur bei der dokim [illegible] Probe und den bei ihr
wendeten Flussr [illegible] Eisensteine sowohl ein
s zähes, als ei [illegible] rfolgen kann.

Das Mechanisch [illegible] imastischen Probe Anstellung der
eibt sich für all [illegible] Probe.

Bei Probierung der chemisch gebundenes Wasser oder Kohlensäure haltenden Eisensteine kann man zur Vermeidung eines Aufblähens im Tiegel dieselben zuvor (unter der Muffel) einer dunklen Rothgluth aussetzen, bis diese Bestandtheile entfernt sind. Es wird zu diesem Zwecke auch wohl eine etwas grössere Quantität geglüht, der Verlust bemerkt und nun zu jeder Probe in Verhältnis weniger eingewogen.

Unumgänglich nothwendig ist dieses vergängige Glühen jedoch nicht und wird es deshalb häufig unterlassen, zumal man eine etwaige Störung durch ein späteres Aufblähen im Tiegel ebenfalls vermeidet, wenn man Sorge trägt, dass anfänglich beim Schmelzen der Probe die Temperatur nur langsam bis zu der erforderlichen Höhe steigt. Ausserdem vermeidet man beim Unterlassen des vorgängigen Glühens jeden dabei leicht eintretenden kleinen mechanischen Verlust.

Man wiegt zu jeder Probe einen Probiercentner des bei 100° C. getrockneten und sehr fein geriebenen Eisensteins ab und vermengt ihn sehr genau mit dem erforderlichen Flusszusatze. Dieses kann sehr zweckmässig in einer Mengkapsel (Taf. IV Fig. 97). oder Porzellanschale geschehen, die mit einem schnabelförmigen Ansatze versehen ist, welcher bequem in die obere Öffnung der Tiegelspur gesteckt werden kann. Mit einem kleinen Pinsel wird die Probe sodann in den Kohlentiegel [1]) (Taf. III Fig. 69) gebracht, etwas darin festgedrückt, zunächst mit einer ganz dünnen Lage von Flussspath überdeckt, dann mit Holzkohlenpulver überschüttet und zuletzt mit einem Kohlendeckel bedeckt, über welchen ein Thondeckel (zu dem man den Fuss einer gebrauchten Eisensteinstute benutzen kann) mit feuerfestem Thone aufgeklebt wird.

Der Kohlendeckel dient einmal zum sicheren Verschlusse, dann aber auch dadurch, dass in ihn mit römischen Ziffern die Nummern der Tiegel (oder sonst gradstrichige Zeichen und Puncte) eingeschnitten werden, zur sichersten Bezeichnung derselben. Die mit der Nummer versehene Seite wird nach unten gelegt und in den Kohlenstaub gedrückt. Sie bleibt so bei dem

[1]) 100 Stück kleine Hessische Eisensteinstuten kosten 3 Thlr.

nachfolgenden Schmelzen unverletzt. Auch kann eine Bezeichnung mit Kreide &c. unter dem Tiegelfusse geschehen.

Bei gut schliessendem Kohlendeckel kann man auch die Lage ein gepulverten Kohlenstaubs ohne Nachtheil für die Probe weglassen.

Die Proben werden in der Esse (pag. 45) einem $^3/_4$—1stündigen Gebläsefeuer ausgesetzt. Man lässt das Gebläse nicht früher an, als bis alle Kohlen sich entzündet haben. Das Schmelzen in der Esse hat die Unbequemlichkeit, dass man gewöhnlich nicht mehr als 4—6 Proben zu gleicher Zeit fertigen kann.

Man setzt die Tiegel in solcher Entfernung von einander ein, dass man mit einer Zange bequem dazwischen kommen kann, legt einige passende Kohlenstückchen dazwischen, damit sie nicht umfallen, füllt dann den Ofen mit todten Kohlen und bringt darauf eine Schicht glühende Kohlen, worauf durch den Zug durch die Formen der Inhalt des Schachtes allmählig von oben nach unten ins Glühen kommt. Die Kohlen dürfen nicht zu gross und nicht zu klein sein, müssen ein möglichst gleiches Volumen (1—$1^1/_2$" Seitenlänge) haben, und werden deshalb wohl vorher durch einen Kaller geworfen. Ist nach etwa $^1/_2$ Stunde die Gluth im Ofen bis auf die Sohle gedrungen, so beginnt man mit dem Blasen, wobei so oft frische Kohlen nachgegeben werden müssen, als sie im Schachte einige Zoll vom Rande niedergebrannt sind. Zuletzt lässt man die Kohlen so weit niedergehen, bis die Tiegel sichtbar werden, worauf man sie mit einer passend gekrümmten Zange (Taf. IV. Fig. 85) aushebt und sie, zur bessern Sammlung des Regulus, ein wenig gegen die Platte stösst, auf welche sie zur Abkühlung hingestellt werden sollen.

Sefström [1]) bedient sich zur Anstellung von Eisensteinsproben seines 8düsigen Gebläseofens (pag. 48), indem 4 Tiegel, deren jeder 3 Gramm (82 Probierpfund) Eisenstein enthält, etwa 1 Stunde darin erhitzt werden. Neuerdings hat man die Eisentiegel (Taf. III. Fig. 70), sowie den Ofen (pag. 49) um Vieles verkleinert, die Anzahl der eingesetzten Tiegel auf 6 erhöht u

[1]) Tunners Jahrb. 1842, p. 96.

dadurch die Kosten der Apparate, wie der Proben bedeute
vermindert. Auf einer genauen Waage (Taf. I. Fig. 6) wird
eine Probe 1 Gramm (28 Probierpfund) Probemehl eingewog
mit Holzkohlen von ½ Cubiczoll Grösse geblasen und die Bl
periode nach ½ Stunde beendigt [1]). Man stellt die Tiegel
eine Lage Quarzsand von Hanfkorngrösse so ein, dass sie
ihrer mittleren Höhe den Formmündungen gegenüber steh
Die Gebläseluft hat anfangs ½ Linie Quecksilberpressung,
sich das Feuer (nach ½ Stunde) auf den Boden niedergezo
hat, dann steigert man die Pressung innerhalb 15 Minuten
3 Linien bis zum Ende. Die Reinigung des Ofenschachtes
Ansätzen muss in noch heissem Zustande geschehen. Ist
Hitze gegen das Ende so hoch, dass ein ¼" starker Eisenstab
dem Feuer in 20 Secunden weissglühend wird und beim Her
ziehen Schweissfunken wirft, so ist die Temperatur gut.

Zweckmässig wendet man da, wo viele Proben zu mac
sind, einen sehr scharf ziehenden Tiegelofen (pag. 39)
der ein bis zwei Dutzend Tiegel auf einmal fasst. Da im A
meinen die Temperatur im Tiegelofen gleichmässiger zu
pflegt, auch nicht zu schnell steigt, so ist ein zwei- bis drei
diges Schmelzen in ihm vorzuziehen, besonders auch noch
halb, weil dabei an Kohlen und Wartung gespart wird.
Schmelzen kann sowohl mit (am besten buchenen) Holzko
als auch mit wenig und keine strengflüssige Asche gebe
Cokes geschehen.

Eine andere Methode, die Eisensteinsproben zu schme
war auf einigen Eisenhütten am Harze im Gebrauche.
Vorrichtung besteht aus einem grossen gusseisernen Topf
welchen ein Gebläse einmündet, und ist bereits pag. 51 beschri
Lässt man die Gebläseluft von mehreren (etwa 4) Seiten eint
so erhält man eine gleichmässige Vertheilung der Temperatur.
Proben nehmen dann des Gebläses wegen zwar mehr Wa
als bei Anwendung eines Zugofens in Anspruch, aber sie kö
in kürzerer Zeit beendigt werden.

Nach dem Erkalten der Tiegel wird das Lutum des T

---

[1]) Tunners Jahrb. 1853, p. 250.

ls vorsichtig gelöst und letzterer so weggenommen, dass der
wenn möglich unverletzt bleibt, da er dann häufig nach
ingung einer neuen Kohlenspur noch einen zweiten oder
achen Gebrauch erlaubt.

Der numerierte Kohlendeckel lässt sich unverletzt wegneh-
und gestattet wegen einer möglichen Verwechselung der
n eine wünschenswerthe Controle.

chlacke und Roheisenkönig haften gewöhnlich etwas anein-
, so dass sie, nachdem man sie zusammen gewogen, in den
nem Schliessdeckel versehenen Mörser oder in einem Stahl-
r (Taf. IV. Fig. 80) gebracht und durch leichte Stösse von
der getrennt werden müssen.

ie Probe ist als gerathen anzusehen, wenn Probe und Gegen-
stimmen, das Roheisen bis auf unbedeutende wenige kleine
hen zu einem Korne zusammengeflossen ist, die Schlacke
gar nicht oder doch nur sehr hell gefärbt zeigt und ihre
affenheit ausserdem zu erkennen gibt, dass sie in gehöri-
Flusse war. Proben, deren Schlacke dunkler, besonders
chwarz gefärbt oder nicht gut geflossen ist, sind aus später
rten Gründen zu verwerfen und bei höherer Hitze oder,
n deren Erzeugung kein Fehler begangen, mit passenderem
usatze zu wiederholen.

ach Wegnahme des Roheisenkorns wird die Schlacke weiter
ssen und mit einem Magnetstabe oder einem magnetisierten
r etwa an ihr haftend gewesene kleine Roheisenkügelchen,
lenen man die Schlackentheilchen wegbläst, ausgezogen,
e dann mit dem Korne zusammen bis auf halbe oder Viertel-
e ausgewogen werden.

an hat bei dem Ausziehen mit dem Magnete dahin zu sehen,
alle sich an ihn ansetzende Eisentheilchen frei von etwa
anhaftender Schlacke sind. Auch können einzelne Eisen-
im Kohlenbeschlag des Tiegels zurückgeblieben sein.

ässt man zwischen der beschickten Probe und dem
pulver die dünne Lage Flussspath fehlen, so w
sehr guter Schlacke grade auf der Oberfläche
m häufigsten kleine Roheisenkügelchen zeiger

auch dann besonders an den Seiten der Schlacke der Fall, we die Wände des Kohlentiegels völlig glatt waren.

Theorie der Eisensteins-proben.

Werden die zur Verschlackung der Erdarten gehörig schickten Eisensteine in einem Kohlentiegel einer allmählig steigerten Temperatur ausgesetzt, so entweichen zunächst flüchti Bestandtheile (Kohlensäure, Wasser &c.) und es tritt eine A lockerung des Erzes ein. Schon bei einer noch nicht zum Glüh hinreichenden Temperatur, bei etwa 350° C., wird das oxydie Eisen an den Berührungsstellen mit den Kohlenwänden unt Bildung von Kohlenoxyd und Kohlensäure reduciert. Inde letztere in Berührung mit den glühenden Kohlenwänden in Kohle oxydgas übergeht und dieses den aufgelockerten Eisenstein durch dringt, tritt auch im Innern der Masse eine Reduction des oxydierte Eisens ein. Auch trägt die in dem Kohlenpulver eingeschlosse Luft zur Bildung von Kohlenoxydgas mit bei. Bei der imme mehr und mehr steigenden Hitze findet dann eine Kohlung de Eisen und endlich das Schmelzen des Roheisens (etwas unte 1500° C. oder bei 130—160° Wdg.), sowie die Vereinigung de erdigen Bestandtheile zu einer Schlacke statt. Die Kohlung de Eisens kann bei der Berührung desselben mit den Wänden de Kohlentiegels einestheils durch einen Cementationsprocess, ander theils aber auch, wie Stammer [1]) und Stein [2]) nachgewiese haben, durch Gase (Kohlenoxydgas, Kohlenwasserstoff) geschehe Die ersteren Gase können sich in der Kohlungsperiode aus de Kohlenpulver entwickeln, da Violette [3]) gezeigt hat, das bei der Platinschmelzhitze erzeugte Kohlen noch Sauerstoff un Wasserstoff enthalten. Auch kann durch Reduction der Erdbase und der Kieselerde, deren Radicale dann ins Roheisen gehe die Bildung von Kohlenoxydgas eintreten. Die Bildung von Cya bei Anwesenheit der nie ganz abzuschliessenden Luft und starke Basen (Kali, Kalk &c.) trägt wahrscheinlich zur Kohlung wesen lich mit bei. Dass eine Cyanerzeugung wirklich stattfindet, läs sich an dem deutlichen Geruche nach Blausäure wahrnehme

[1]) Dinglers polyt. Journ. CXX., 430.
[2]) Dingler, BXXI., 285.
[3]) Dingler, CX., 189; CXXI., 102; CXXIII., 117, 152.

welchen eine an der Luft stehende Eisenschlacke entlässt, die bei einer sehr hohen Temperatur mit so viel Kalk beschickt war, dass die Schlacke eben einen Zusammenhang hat.

Ein Zusatz von Kohlenstaub, Mehl, Pech, Kolophonium, Talg, Öl &c. zur Probe ist überflüssig und kann dadurch schädlich wirken, dass derselbe das Zusammenfliessen des Roheisens zu einem Korne erschwert. Damit vor der Reduction des Eisens keine Schmelzung der Erdarten eintritt, dürfen keine zu leichtschmelzende Flussmittel (Pottasche, schwarzer oder weisser Fluss, Kochsalz &c.) zugeschlagen werden.

Der Eisenkönig enthält 2—6 Procent fremde Bestandtheile, darunter Kohlenstoff und Silicium vorwaltend, ausserdem auch geringe Mengen von den übrigen Erdmetallen und je nach der Beschaffenheit der Erze Phosphor, Arsen und Schwefel. Aus dem äusseren Ansehen, sowie aus dessen Bruchansehen lässt sich, wie später gezeigt werden wird, mit vieler Vorsicht einigermassen auf die Beschaffenheit des im Grossen zu gewinnenden Roheisens schliessen.

Wichtige Aufschlüsse über die Natur der Erze gibt die später näher zu betrachtende Beschaffenheit der Schlacke, so dass diese Regelprobe in den meisten Fällen über die zweckmässige Verschmelzungsart und den Werth eines fraglichen Eisenerzes entscheiden kann.

Hauptmomente beim Beschicken.

Ein wesentliches Erfordernis zum Gelingen einer Eisensteinsprobe ist die zweckmässige Wahl der Zuschläge, um die anwesenden erdigen Substanzen in Fluss zu bringen. Fast jede Hohofenschlacke enthält ausser geringen Mengen mehr seltener Stoffe 40—60 Procent Kieselerde und im Übrigen Kalkerde, Thonerde und Talkerde, Mangan- und Eisenoxydul in ungleichen Verhältnissen. Nach den über die Schmelzbarkeit der Silicate gemachten Erfahrungen, welche im Anhange mitgetheilt werden, muss man bei den Eisensteinsproben Silicate von Kalk- und Thonerde zu bilden suchen, deren Zusammensetzung zwischen Bi- und Singulosilicat, also zwischen 3 CaO, $2\,SiO^3 + Al^2O^3$, $2\,SiO^3$ und 3 CaO, $SiO^3 + Al^2O^3$, SiO^3 liegt. Nach Bodemann hat sich eine Zusammensetzung von 56 Procent Kieselerde, 30 Kalkerde und 14 Thonerde, dem Bisilicat der Kalk- und Thonerde

s sich von einer Analyse unterscheidend, wird als etwas
ıdlich auf den Hütten seltener angewandt, wiewohl es auf
isensteine ausgedehnt seinen grossen Nutzen haben würde.
be erfordert nachstehende Operationen:

das Calcinieren von 1 Centner des bereits bei 100° C.
kneten Erzes. Es geschieht am kürzesten auf einem pas-
ı flachen Gefässe unter der Muffel bei starker und an-
der Rothgluth. Ein hierdurch eintretender Gewichtsabgang
im Allgemeinen aus chemisch gebundenem Wasser und
ensäure bestehen, oder auch wohl aus kohligen Theilen,
bei manchen Erzen aus der Steinkohlenformation oder aus
nengtem Erdpech, z. B. bei Erzen aus der Liasformation.
ineralogische Beschaffenheit des Erzes mit diesem Glüh-
te im Zusammenhange betrachtet wird schon einige Auf-
g über das Eisenerz geben.

urch die Röstung im Kleinen ermitteln zu wollen, wie viel
reinen kiesigen Erzen von den schädlichen Bestandtheilen
den Röstprocess im Grossen entfernt werden kann, könnte
ı sehr unsicheren Folgerungen Anlass geben. Die Differenz
halten gerösteter und ungerösteter Schmelzproben kann
hreren Aufschlüssen führen. Wenn man die Anwesenheit
chwefel, Arsen, Antimon, Zink &c. in den Erzen kennt, so
es zweckmässig sein, dieselben vor dem Probieren zu

n sich vor falschen Schlüssen zu hüten, hat man zu be-
chtigen, auf welcher Oxydationsstuffe das Eisen sich vor
lcination befand, auch ob Mangan und in welchem Oxy-
zustande es vorhanden war. Die Calcination ist bei star-
hgluth so lange fortzusetzen, bis alles Eisen auf das Maximum
rt und alles Mangan in Manganoxyduloxyd verwandelt ist.
ze, welche als Beimengung kohlensauren Kalk oder Dolo-
halten, werden ihre an die Kalkerde gebundene Kohlen-
nur langsam verlieren. Das Glühen muss so lange fortge-
verden, bis durch solches keine Gewichtsveränderung mehr

Bestimmung des Kalk- und Magnesiagehaltes.

Man kann entweder

1. das bei 100° C. gut getrocknete, nicht geglühte Er (1 Ctnr.) mit sehr verdünnter Salpetersäure oder mässig starke Essigsäure behandeln, da diese in der Kälte fast nur allein diese Erden angreifen und auflösen. Der ungelöste Rückstand wird sehr gut ausgesüsst und nach gehörigem Trocknen bei 100° C. wieder gewogen. Am besten sammelt man den Rückstand auf einem vorher bei 100° C. getrockneten und dann gewogenen Filter. Was dann der Rückstand nach dem Trocknen weniger wiegt, ist als Gehalt des Erzes an kohlensaurer Kalkerde oder kohlensaurer Kalk- und Talkerde in Rechnung zu bringen. Für die Praxis erscheint es meist genau genug, den Verlust nur als kohlensaure Kalkerde anzusehen und danach die Menge der Kalkerde, welche als Schlacke gebender Bestandtheil in Wirkung kommt, zu berechnen. 100 Theile kohlensaure Kalkerde entsprechen 55,292 Theilen reiner Kalkerde.

Soll der Gehalt an Talkerde ermittelt werden, so übersättigt man das essigsaure oder salpetersaure Filtrat mit kohlensaurem Ammoniak, filtriert die gefällte kohlensaure Kalkerde ab, setzt zum Filtrat eine Lösung von phosphorsaurem Natron und filtriert den Niederschlag (phosphorsaure Ammoniak-Talkerde) nach etwa 12stündigem Warmstehen ab. Dieser wird mit ammoniakalischem Wasser gut ausgewässert, dann getrocknet, geglüht und gewogen. Derselbe besteht aus 2 MgO, PO^5 und enthält 36,6 Procent Talkerde. Oder

2. man behandelt das gut calcinierte Erz ebenfalls mit sehr verdünnter Salpetersäure oder mässig concentrierter Essigsäure, süsst den in ihnen in der Kälte unlöslichen und auf ungewogenem Filter gesammelten Rückstand vollständig aus, trocknet ihn und glüht ihn nach Einäscherung des Filters. Was das calcinierte Erz (nach Abzug des Gewichts der Filterasche) am Gewichte hierbei verloren hat, ist sofort als Schlacke gebender Bestandtheil (kohlensäurefreie Kalk- und Talkerde) in Rechnung zu bringen.

c. Bestimmung des Thon- und Q

Ein Centner des bei 100° C. gut ge
mit Salzsäure oder Königswasser (bei

an man statt dessen Schwefelsäure nehmen) anhaltend dige-
rt, bis alle Kalkerde und alles Eisenoxyd aufgelöst ist. Die
ensteine, welche kohlensaures Eisenoxydul und Eisenoxyd-
drate enthalten, werden durch Salzsäure und Königswasser
ht schwierig zersetzt. Das Eisenoxyd des Eisenglanzes und
heisensteins, sowie das Eisenoxyduloxyd des Magneteisensteins
en sich nur bei sehr anhaltender Digestion des sehr feinge-
benen Erzes in concentrierter Säure auf. Letztere werden
halb zuvor zweckmässig durch Glühen mit kohlensaurem Kali-
ron (pag. 96) in einem Thontiegel aufgeschlossen. Auch be-
dert die Auflösung in Salzsäure nach Zenner zuweilen ein
satz von schwefligsaurem Natron. Den unlöslichen Rückstand,
lcher in vielen Fällen weiss oder doch nur sehr schwach ge-
bt erscheinen wird, sammelt man auf ungewogenem Filter,
sst ihn vollständig aus und glüht ihn nach vorgängigem gänz-
nen Austrocknen und Einäschern des Filters. Sein Gewicht
bt (nach Abzug der Filterasche) eine zweite Menge der Schlacke
benden Bestandtheile des Eisenerzes an.

Dieser in Säuren unlösliche Rückstand besteht in den am
ufigsten vokommenden Fällen aus Kieselerde oder aus Thon,
h. Kieselerde und Thonerde, wobei dann erstere dem Gewichte
ch vorwaltet; dann auch wohl aus solchen Mineralien und
birgsarten, welche aus Silicaten bestehen und pag. 243
b d angeführt wurden. In seltenern Fällen wird er Schwer-
ath oder ähnliche Körper enthalten. Man muss zur Beurthei-
ng des Bestandes dieses Rückstandes die mineralogische Be-
haffenheit der Beimengungen des Eisenerzes mit zu Hülfe
hmen.

Zu berücksichtigen hat man noch, dass die Thonerde etwas
rch Königswasser aus manchen Kieselthonen ausgezogen wird,
ch kieselerdehaltige Mineralien mit dem Eisenerze einbrechen
nnen, welche mehr oder weniger von Königswasser angegriffen
rden.

Ermittelung des Kieselerdegehaltes allein bringt man den
der direct den Eisenstein mit dem 3fachen Soda oder
tasche und 10 Soda zum Sintern oder
behandelt die geglühte Masse

mit Salzsäure und dampft mit einem Überschuss davon in einer Porzellanschale zur Trockne. Nachdem die trockene Masse mit etwas Salzsäure aufgeweicht worden, wird sie mit heissem Wasser übergossen, filtriert, der Rückstand gut ausgewaschen, getrocknet, geglüht und gewogen. Derselbe besteht aus Kieselsäure.

An die vorstehenden Untersuchungen lassen sich die nachfolgenden qualitativen Proben noch anschliessen:

d. Nachweisung eines Schwefelgehaltes. Entsteht in einem mittelst der verdünnten Salzsäure bereiteten Auszuge des Erzes durch Chlorbarium ein Niederschlag von schwefelsaurem Baryt, so deutet dies auf die Anwesenheit von Gyps oder von basisch schwefelsaurem Eisenoxyd [1]). — Gibt der mittelst verdünnter Salzsäure von den vorstehenden schwefelsauren Salzen völlig befreite Rückstand beim Erhitzen mit Königswasser eine Lösung, in welcher sich mittelst Chlorbarium Schwefelsäure nachweisen lässt, so kann man auf das Vorhandensein von Schwefelkies schliessen. Zur Nachweisung von Schwerspath muss der beim Erhitzen mit Königswasser gebliebene Rückstand getrocknet und mit reinem, schwefelsäurefreiem kohlensaurem Natron geglüht, die geglühte Masse mit kochendem Wasser aufgeweicht, filtriert, das Filtrat mit Salzsäure angesäuert (wenn das Glühen in einem Platintiegel geschehen war) und mit Chlorbarium versetzt werden. Ein weisser Niederschlag gibt Schwefelsäure zu erkennen. Der Baryt lässt sich in dem in Wasser unlöslichen Rückstande nachweisen, wenn man denselben in Salzsäure auflöst und bei gehöriger Verdünnung Schwefelsäure zusetzt. Geschah das Glühen, statt in einem Platintiegel in einem Thontiegel, so enthält das schwefelsäurehaltige wässerige Filtrat auch kieselsaures Natron. Dasselbe muss dann vor dem Zusatz von Chlorbarium mit Salzsäure zur Trockne gedampft, in Wasser gelöst und der Rückstand von Kieselerde abfiltriert werden.

e. Prüfung auf Arsensäure und Phosphorsäure. Das Erz wird mit kohlensaurem Kali-Natron geglüht, die geglühte

---

[1]) Otto-Graham's ausführliches Lehrbuch der Chemie 1853, II. Bd, 2. Abthl, p. 822

e, welche arsen- und phosphorsaures Natron enthalten kann, laugt, filtriert, das Filtrat mit Salzsäure angesäuert, mit riger schwefliger Säure gekocht, um die Arsensäure in ar- e Säure überzuführen und dann durch Schwefelwasserstoffgas s Schwefelarsen ausgefällt, nachdem die überschüssige eflige Säure durch Kochen vollständig entfernt ist. Die dem Niederschlage abfiltrierte und bis zum Verschwinden Schwefelwasserstoffs erhitzte, nöthigenfalls filtrierte Lösung mit molybdänsaurem Ammoniak und etwas concentriertem versetzt, wo sich dann bei Anwesenheit von Phosphorsäure einiger Zeit ein gelber Niederschlag absetzt. Auch kann die Lösung mit Ammoniak neutralisieren und Chlormagne- zusetzen, um einen Niederschlag von phosphorsaurer Am- ak-Talkerde zu erzeugen.

f. Prüfung auf Titan. Ist der Gehalt daran so gross, er auf den Schmelzgang einen Einfluss ausübt, so lässt sich olcher vor dem Löthrohr mit Phosphorsalz am Platindrahte nen, indem eine im Reductionsfeuer geblasene Perle eine rothe bis tiefrothe Färbung erhält.

g. Prüfung auf Mangan. Beim Zusammenschmelzen kleinen Probe Eisenerz mit 2 Soda und 1 Salpeter ent- bei Anwesenheit von Mangan eine grün gefärbte Masse.

h. Prüfung auf Vanadinsäure und Chromsäure. feingeriebene Eisenstein wird nach Wöhler mit $^1/_3$ seines chtes Salpeter etwa 1 Stunde lang schwach geglüht, die tete und zerriebene Masse mit wenig Wasser ausgekocht, i eine gelbe Flüssigkeit erfolgt, welche vanadinsaures, arsen- s, chromsaures, phosphorsaures, schwefelsaures, salpetrig. s und kieselsaures Kali nebst Thonerde enthält. Unter em Umrühren fügt man so viel Salpetersäure hinzu, dass ösung noch schwach alkalisch bleibt und keine salpetrige e frei wird, welche die Vanadin- und Chromsäure re le. Der dabei entstehende Niederschlag v Thonerde wird abfiltriert.

Durch Chlorbarium fällt man alsdann salze der genannten Säuren aus, filtriert g aus und kocht ihn noch nass mit s

Überschuss von verdünnter Schwefelsäure. Die vom zu
bleibenden schwefelsauren Baryt abfiltrierte Flüssigkeit e
die übrigen Säuren, ausser Schwefelsäure. Wird dieselb
überschüssigem Kali versetzt und gekocht, so scheidet sich Cl
oxydhydrat ab, vor dem Löthrohr zu erkennen. Durch Z
von Schwefelammonium zum kalischen Filtrat entsteht eine
braune Lösung (characteristisch) von Schwefelvanadium
welcher bei Zusatz von verdünnter Schwefelsäure Schw
vanadium (und auch Schwefelarsen) als brauner Niders
abgeschieden wird. Dieser wird bei Luftzutritt geglüht und d
in einem Platinschälchen durch Schmelzen mit einem kl
Salpeterkrystall in vanadinsaures Kali verwandelt. Dieses
man in wenig Wasser und fällt durch ein Stück eingest
Salmiak vanadinsaures Ammoniak als weisses oder gelbes
stallpulver aus, welches beim Filtrieren mit gesättigter Sal
lösung ausgewaschen wird. Beim Erhitzen unter Luft
verwandelt sich das Salz in schwarzrothe Vanadinsäure, w
bei stärkerer Hitze schmilzt und beim Erstarren krystallinisch

Zusammenstellung der Resultate.

Durch eine nach Obigem ausgeführte dokimastische U
suchung erfährt man also von einem Erze

a. den Glühverlust, welcher gewöhnlich aus Hydratw
oder Kohlensäure oder aus beiden zugleich, zuweilen auc
Bitumen (Blackband) besteht;

b. den Gehalt an Kalkerde und Talkerde;

c. den in Säuren unlöslichen Rückstand, in den ge
licheren Fällen aus Kieselerde oder aus Kieselthon besteh

Die Summe von b. und c. gibt den Gesammtgeha
Eisensteins an Schlacke gebenden Bestandtheilen.

Die Summe von a, b und c von dem zur Untersuchu
nommenen Gewichte abgezogen, lässt einen Rest, welcher d
Eisenstein enthaltene oxydierte Eisen repräsentiert. Da nun
das Calcinieren der gesammte Eisengehalt auf das Maximu
Oxydation gebracht wurde, so ist obiger Rest als Eisenox
berechnen. 100 Theile Eisenoxyd enthalten 69,338
Eisen. Der auf diese Art berechnete Gehalt an metallis
Eisen wird ziemlich genau dem durch eine anderweitige U
suchung gefundenen Roheisengehalte entsprechen. Das

sen enthält zwar mehr oder weniger Kohlenstoff, dagegen bleibt bei der Roheisenprobe stets eine kleine Menge Eisenoxydul in den Schlacken zurück, welches beides sich mehr oder weniger in Bezug auf das gefundene Gewicht des Eisens ausgleicht.

B. Durch Anstellung von Schmelzproben, indem man gleich mehrere Proben desselben Erzes verschieden beschickt, — z.B. die eine Reihe mit 5, 10, 15, 20 &c. Proc. Kalk, und wenn keine derselben schmelzen sollte, der Reihe nach mit 3, 5, 7 &c. Proc. Quarz — und aus der Beschaffenheit der Schlacke und des Eisenkönigs ersieht, welches die zweckmässigste Beschickung war. Dieses ist das gewöhnliche Verfahren der Eisenhütten. Hat man einmal die richtige Menge Zuschlag für den von einer Grube geförderten Eisenstein ausgemittelt, so kann derselbe in der Regel immer beibehalten werden, indem sich die Beschaffenheit der Eisensteine von einer Grube selten so verändert und ein kleiner Fehler beim Beschicken nie so einflussreich wird, dass ein unbrauchbares Resultat erfolgt.

Während einige Erze fast mit jeder Beschickung schmelzen, so sind andere wieder für Änderungen um einige Procent empfindlich. Es gibt Erze, welche mehr als 100 Procent Kalk, andere, welche über 40 Procent Kieselerde erfordern.

Als Zuschläge sucht man solche Substanzen zu wählen, wie sie auf den Hütten wirklich zur Anwendung kommen; indessen bedient man sich auch wohl reinerer Materialien. Als solche kommen in Anwendung: Kalk in Gestalt von reinem Kalkstein, Marmor, Flussspath oder Kreide; Kieselerde (selten, weil die meisten Eisensteine in kieselerdehaltigen Gebirgsarten einbrechen) seltener in Gestalt von Quarz und Feuerstein, als von Thon; Thonerde in Gestalt von Thonarten (so $3\,Al^2O^3,\ 4\,SiO^3 + 6\,HO$ mit variierenden Beimengungen von KO, MgO, FeO, MnO, Feldspath, Sand &c.), aus verschiedenen, meist Schiefergesteinen durch Verwitterung entstanden, von denen einige wenige bis zu 20 Procent Thonerde und nur einen feuerfesten einige 30 Procent reine Thonerde, sonst F

erde enthalten. Je unreiner der Thon ist, desto mehr Kalkerde, Talkerde und Eisenoxyd enthält er. Die Thonzuschläge sind demnach mehr als Quarzzuschläge anzusehen und erfordern, wenn sie in Gestalt eines gebrannten, feuerfesten Thones geschehen und das Erz nicht zugleich Kalk enthält, gleichzeitig einen Kalkzuschlag. Ein nicht zu bedeutender Thonerdegehalt erweist sich in den meisten Fällen vortheilhaft, weil die Thonerde als Säure und als Base auftreten und deshalb als Ausgleichungsmittel für die nachtheiligen Extreme im Verkieselungszustande wirken kann. Im metallurgischen Laboratorium zu Clausthal wendet man den Thon vom Kahlenberge (Analyse p. 72) an. Talkerde und Manganoxydul werden höchst selten und dann in Gestalt von kohlensaurer Magnesia und Braunstein als Zuschläge gegeben.

Beurtheilung einer Probe.

Zur Beurtheilung der Beschaffenheit einer geschmolzenen Probe sind besonders nachstehende Puncte zu berücksichtigen:

A. Die Schmelzbarkeit der Probe.

Hierbei kommen folgende Fälle in Betracht:

a. Die Probe ist nicht geschmolzen, das reducierte Eisen ist in Gestalt eines feinen grauen Pulvers in der Masse vertheilt. In solchem Falle hat man es mit armen, strengflüssige Bergarten enthaltenden Eisensteinen zu thun, wo bei mangelnder Thonerde ein solcher Überschuss an Kalk- und Talkerde vorhanden ist, dass nicht einmal ein Kalksingulosilicat entstehen kann. Solche Eisensteine (manche Spatheisensteine) müssen mit quarzigem Thon oder quarzreichem Thonschiefer &c. beschickt werden, wenn nicht die Strengflüssigkeit durch einen grossen Gehalt an $\dot{M}g$ herbeigeführt ist. In solchem Falle muss man $\ddot{S}i$ und $\dot{C}a$ zuschlagen, um den Gehalt an $\dot{M}g$ herabzustimmen und die Schlacke leichtflüssiger zu machen. Eisensteine mit 20 Procent $\dot{M}g$ gehören zu den strengflüssigsten.

b. Die Probe ist geschmolzen und aufgebläht, das Eisen liegt in Schalen mit Schlacke gemengt, oder bisweilen als platte Körner zerstreut umher und ist mehr oder weniger geschmeidig. In solchem Falle enthalten die Bergarten Eisen- oder Mangansilicate, oder $\ddot{S}i$ ist überschüssig, sie verbinden sich bei beginnender Schmelzung mit einem Theil des noch nicht reducierten

ns, und das dabei gebildete Eisensilicat wirkt auf das be- gebildete Roheisen oxydierend ein. Hierbei erzeugt sich welche ein Aufschäumen der Schlacke verursacht, die ge- nlich ein grünes, fleckiges, ins Graue ziehendes Ansehen ngt. Unter solchen Umständen ist in einer Beschickung der mangelnde Bestandtheil.

c. Die Probe ist gut geflossen, Schlacke und Eisenkönig en sich gehörig gesondert, was für die Leichtflüssigkeit der chickung spricht. In solchem Falle muss aber stets noch be- sichtigt werden:

B. Das Aussehen der Schlacken.

a. Ist die Schlacke glasartig, vollkommen durchsichtig oder durch- inend, leicht zerbrechlich, im Bruch muschlig und scharfkantig, ei grün gefärbt, so war viel $\dddot{S}i$ in der Beschickung. Eine nfreie, nicht grüne glasige Schlacke nähert sich einem Bisili- besonders gibt die Thonerde gern glasige Schlacken.

b. Hat die Schlacke das Ansehen eines vollkommen ge- nolzenen, aber etwas emailähnlichen, lichtgrau gefärbten Glases, ist das richtige Erdenverhältnis getroffen. Emailartige lacken pflegen zwischen Bi- und Prisilicaten zu liegen.

c. Ist die Schlacke nicht emailartig, sondern steinig und t entweder trocken aus und hat einen rauhen Bruch oder halbdurchscheinend wie Wachs und erscheint mit dessen nz, besitzt dabei einen dichten, etwas krystallinischen Bruch, nähert sie sich einem einfachen Silicate, wo also die basischen en vorwalten. Die Farbe dieser Schlacken ist oft gelb bis un und rührt von Mangan oder Schwefel her. Im letzteren e entlässt die Schlacke beim Übergiessen mit Salz- oder wefelsäure Schwefelwasserstoff.

d. Die Färbung der Schlacken rührt vorwaltend von Metall- den und von Schwefel her. Eisen erzeugt schwarze und ne, Mangan amethystfärbige Schlacken von grösserer oder ge- erer Intensität, die nicht mit der Grösse des Mangangehaltes Verhältnis steht. Schwefel und Titan in grösserer Menge geben varze Farben und letzteres zuweilen ein kupferfarbiges Häut- an Schlacke und Eisen; die Erze pflegen dann strengflüssig zu

sein. Blaue Färbungen können von Titan, Phosphorsäure, Ultramarinbildung oder optischen Verhältnissen herrühren.

Die vorwaltenden Farben sind bei glasigen Schlacken: amethystfarbig, blau, grau, grün, gelb, braun und schwarz; bei den Emailschlacken: weiss, perlgrau, blau und grün; bei den steinigen Schlacken: weiss, grau, gelb und schwarz.

C. Das Ansehen und Verhalten des Eisenkönigs.

a. Ist der König geschmeidig, so wurde durch Eisensilicate der Kohlenstoff des anfangs erzeugten Roheisens oxydiert.

b. Ein graphitischer König deutet auf ein leichtflüssiges Erz oder auf eine hohe Temperatur beim Schmelzen.

c. Ein feinkörniger nicht graphitischer dunkler König deutet auf eine hohe Temperatur oder eine basische Schlacke.

d. Ist der König im Bruche weiss, so kann dies herrühren:

α. von einer stattgefundenen Entkohlung, z. B. mittelst $\dot{Fe}\,\dddot{Si}$;

β. von einem stark manganhaltigen Erze, wo dann der König bei einem blättrigen oder muschligen Bruch spröde ist;

γ. von einem Gehalt des Roheisens an S, P, As, Sb &c. Bei einem Kupfergehalt des Eisensteins geht nur wenig oder nichts davon in die Schlacke; dasselbe findet sich theilweise im Roheisen, theilweise als Blättchen zu unterst am Eisenregulus. Der Schwefelgehalt lässt sich in dem Regulus leicht nachweisen, wenn man denselben in einem Fläschchen mit verdünnter Salz- oder Schwefelsäure übergiesst und in das Fläschchen einen mit verdünnter Bleizuckerlösung befeuchteten Papierstreifen hängt. Je nachdem mehr oder weniger Schwefel vorhanden ist, wird der Streifen bräunlich bis schwarz.

Eine Eisenprobe wird demnach für gelungen zu halten sein, wenn bei vollständiger Schmelzung die Schlacke emailartig und lichtgrau oder steinig, und der Eisenkönig dunkelgrau aussieht und nicht geschmeidig ist.

Quantität der Zuschläge.

Die angeführten Kennzeichen an Schlacke und Eisenkönig lassen in den meisten Fällen nicht mehr zweifelhaft, welche Beschickung zu wählen ist, und es kommt nur noch darauf an,

das Minimum der Zuschläge zu ermitteln. Dieses geschieht durch eine neue Versuchsreihe, indem man mehrere Proben desselben Erzes mit ungleichen Zuschlagsmengen schmilzt und zusieht welche davon die schönste email-, glas- oder wachsartige Schlacke gab, je nachdem man es dem Zwecke gemäss wünscht.

Endlich prüft man die Beschickung noch auf ihre Leichtflüssigkeit, indem man verschiedene Proben verschieden lang erhitzt, im Gebläseofen ½—1 Stunde, im Zugofen 1—2½ Stunden. Eine nach 30 Minuten langem Blasen im Gebläseofen geschmolzene Probe gehört zu den leichtflüssigsten. Proben auf Leichtflüssigkeit.

Nach Bodemanns Schmelzversuchen entsteht die leichtflüssigste Schlacke, welche überall aus Thon-, Kalk- und Kieselerde möglich ist, wenn 56 Kieselerde, 14 Thonerde und 30 Kalkerde zusammentreten oder dieses gegenseitige Verhältnis doch nur sehr wenig abgeändert ist. Aber selbst diese Schlacke ist für die gewöhnlichen Eisensteinsproben, will man nicht die Temperatur um etwas mehr als sonst erforderlich ist, erhöhen, nicht völlig oder kaum dünnflüssig genug; auch dann nicht, wenn wenige Procente Manganoxydul für einen Theil der Kalkerde als Base substituierend eintreten. Vorschriften f. Beschickungen.

Boraxglas schmilzt mit jeder der angegebenen Erden, wird es im gehörigen Verhältnisse zugesetzt, zu einer Schlacke zusammen, welche leichtflüssig genug ist. Demnach würde jedes das Eisenoxyd begleitende Erdengemenge durch hinlänglichen Zusatz von Boraxglas in gehörigen Fluss gerathen. Borax löst aber auch von dem oxydierten Eisen auf und es ist nicht immer möglich aus einer solchen durch viel Borax allein dünnflüssig gemachten Schlacke bei der Probe alles Eisen zu reducieren, was namentlich dann eintritt, wenn der Eisenstein keine oder nur wenig Kieselerde, dagegen eine oder beide der andern Erden in vorwaltender Menge enthält, da in diesem Falle eine sehr grosse Menge Borax erforderlich werden kann.

Weit besser und vollständiger gelingt die Reduction, wenn man durch Erdenzuschläge das obige als das leichtschmelzendste bezeichnete Erdenverhältnis in der Probe möglichst annähernd herzustellen sucht und dann nicht mehr Borax zusetzt, als noch erforderlich ist, um die Schlacke auf die gehörige Schmelzbarkeit

zu bringen. Je mehr das günstige Erdenverhältnis getroffen
um so weniger bedarf man von dem Boraxzusatze.

So weit eine Kenntnis der Erdenverhältnisse im Eise
zur richtigen Anstellung der Eisensteinsproben erforderlich
ergibt sie sich schon aus der mineralogischen Beschaffenheit
Eisenerze und ihrer Beimengungen, sowie aus den Vorpr
(pag. 252.)

Auf Obiges gründet sich das schon früher von Lampa
angegebene Verfahren. Er empfiehlt einen Kiesel-, Thon-
Kalkerde haltigen Borax, welchen er durch Schmelzen des
raxglases mit diesen Erden darstellt, als Flussmittel und sch
vor, bei reinen Eisenerzen auf 100 Pfund Erz 50 Pfund
Gemisches sämmtlicher Boraxgläser, bei kieselerdehaltigen
100 Pfund 50 bis 100 Pfund Kalk- und Thonerdeborax, bei
haltigen auf 100 Pfund Erz 100 Pfund Kiesel- und Thonerd
rax und bei thonhaltigen auf 100 Pfund Erz 100 Pfund Kalkb
und bei bittererdehaltigen auf 100 Pfund Erz 100 Pfund
Gemenges von allen 3 Boraxgläsern zu nehmen.

In der für die Eisensteinsproben erforderlichen Hitze k
auch Flussspath zum Schmelzen und wirkt er ähnlich
Boraxglas auf die Erden ein; er hat jedoch vor diesem ins
den Vorzug, dass er kein oder nur unbedeutend oxydiertes
auflöst und auf diese Art also dessen Reduction nicht behi
Flussspath allein reicht jedoch zuweilen als Zuschlag
aus, da er in der angegebenen Temperatur nicht hinreic
leichtflüssige Schlacken gibt. Bei Vorhandensein von freier K
erde zersetzt sich der Flussspath, indem sich gasförmig en
chendes Fluorsilicium und für sich allein zu strengflüs
Kalkerdesilicat bildet.

Am zweckmässigsten ist es daher nach Bodemann be
Eisensteinsproben Flussspath und Borax gemeinschaftlich als
mittel zu verwenden, um eine mittlere Wirkung aus ihren E
schaften zu erhalten und ausserdem durch einen Zuschlag
kohlensaurer Kalkerde, Thon (d. h. Kieselerde + Thonerde)
Quarzpulver da nachzuhelfen, wo es die mineralogisch
schaffenheit des Erzes für die annähernde Darstellung des o
günstigsten Erdenverhältnisses als nothwendig erscheinen

Auf den meisten Eisenhütten vermeidet man indessen einen Boraxzuschlag ganz oder wendet ihn nur bei den strengflüssigen Erzen an. Für die kieseligen und thonigen Eisensteine genügt in vielen Fällen ein Zuschlag von 20—25 Procent Kreide und 20—30 Procent Flussspath, der aber namentlich bei armen Erzen oft auf 50 Procent und mehr zu steigern ist. Bei Mangel an Thonerde fügt man noch 5—15 Procent Kieselthon (pag. 259) hinzu. Bei sehr reichen Eisensteinen (Magneteisenstein, Eisenglanz) kommt man häufig mit 5—20 Procent Kreide und 25 Procent Flussspath aus. Thonige Brauneisensteine erfordern 30—40 Procent Kreide und eben soviel Flussspath, dessen Menge bei Raseneisensteinen auf 50 Procent erhöht wird. Spatheisensteinen schlägt man wohl 10—15 Procent Kieselthon und 20—25 Procent Flussspath zu, Eisenfrischschlacken 20-25 Procent Kreide und eben soviel Flussspath. Nimmt man zu viel Flussmittel, so müssen die Tiegel entsprechend gross angewandt werden, und je gröser dieselben sind, um so schwieriger wirkt die Hitze durch, oder man nimmt für kleinere Tiegel statt 1 Centner nur einen halben Centner Eisenstein und dem entsprechend die Beschickung. Sollen Kupferkies oder Kupferstein auf ihren ungefähren Eisengehalt probiert werden, so röstet man dieselben todt, behandelt sie nach Art einer Kupferprobe und schmilzt die dabei erfolgende eisenreiche Schlacke wie eine Eisensteinsprobe mit Kreide. Bleistein muss ebenfalls todt geröstet werden, kann dann aber sofort mit 30 Procent Flussspath, 25 Procent Kreide und 50—60 Procent Thon auf Roheisen verschmolzen werden. Eisenreiche Blei- oder Kupferschlacken müssen, nöthigenfalls im gerösteten Zustande, mit 25 Procent Borax, 20—25 Procent Kreide und bis 70 Procent Flussspath einem $^5/_4$- 2stündigen Feuer ausgesetzt werden.

Karsten gibt in seiner Eisenhüttenkunde für die Eisensteinsproben folgende Vorschriften:

Sehr reiche Erze, welche wenig Erden enthalten, wird man am besten mit einem Zusatze von 10 Procent Flussspath und 10 Procent calciniertem Borax beschicken. Bei ärmeren Erzen nimmt man 25 Procent Flussspath und 25 Procent rein[e] und wenn sie sehr arm sind, setzt man 10 Procent calc[iniert]

Borax zu. Enthalten die Eisenerze Kalk oder andere basisch Erden und keine Kieselerde, so würde ein Zusatz von 20 bi 25 Procent gebranntem, zerstossenem und fein gepulvertem rei nem Quarze, gemengt mit 25 Procent Flussspath, anzuwende sein. Je compacter und dichter das Erz übrigens von Natu war oder je schwerer sich sein natürlicher Zusammenhang beim Zerpulvern und Zerreiben aufheben liess, desto stärkere Hitze ist unte sonst gleichen Umständen erforderlich, um das darin befindlich oxydierte Eisen zu reducieren. Den reinen und mit andere Silicaten nicht verbundenen Kieseleisensteinen, wohin auch di Eisenschlacken gehören, wird ihr Eisengehalt besonders schwe und nur in der grössten Hitze abgewonnen. Diese Erze könne indess bei einem Zusatze von 25 Procent Flussspath und 25 Pro cent reinem Kalke auch vollständig reduciert werden, wenn die Proben nur lange genug in starker Hitze stehen bleiben.

Nach Berthier dürfen die Zuschläge, ohne dass die Strengflüssigkeit vermehrt wird, nachstehende Grenzen nicht überschreiten: 45—60 Procent Kieselerde, 20—35 Procent Kalkerde und 12—15 Procent andere Basen. Derselbe will bei Untersuchung der Eisensteine auf Roheisen nur feuerbeständige Flusszusätze bei seiner analytischen Methode angewandt sehen; er schliesst dessbalb für diese einen Zusatz von Borax, jedem Alkali und jedem Alkali haltenden Glase, auch von Flussspath wegen Bildung von Fluorsilicium, völlig aus und benützt nur Quarz Kieselthon und kohlensaure Kalkerde oder eines der 3 folgenden Erdengläser, welche vorher zusammengeschmolzen sind und bestehen aus:

	I.	II.	III.
Kieselerde	38,5	67,7	58,2
Kalkerde	47,3	20,2	26,1
Thonerde	14,2	12,1	15,7

Welches Gewicht der bei dieser Probe zu verwendende kohlensaure Kalk oder der Kieselthon nach heftigstem Glühen behält muss dann ebenfalls durch vorgängige Versuche sorgsam ermittelt sein.

Berthier setzt voraus, dass man den Glühverlust des Erzes kenne, auch die Schlacke gebenden Bestandtheile des Erzes ge-

…nden habe. Er bezeichnet mit A das Gewicht des rohen Erzes; … B das Gewicht desselben nach dem Calcinieren; mit C, …, C'' das Gewicht der rohen ungeglühten Flusszusätze; mit D … Gehalt derselben an feuerbeständigen Körpern. Roheisen … erhaltene Schlacke wiegt er zunächst gemeinschaftlich vor … Ausziehen des Roheisens und nennt M das erhaltene Roh…ngewicht, S das Gewicht des Schlacke allein.

Des Resultat der Probe stellt er dann wie folgt. Zur Probe …rde verwandt:

…rohes Erz = calciniertem Erz . . . . . B

…aher Fluss C wurde zugesetzt = an feuerbeständigen Substanzen . . . . . D

Summe der feuerbeständigen Substanzen B + D

… wurde erhalten: Roheisen M, Schlacke S } Summa . . . . . M + S

Verlust = O

…nnt man die Oxydationsstuffe, in welcher sich das Eisen in …m Eisenerze befand, so muss der Gewichtsverlust O, welcher … bei der Probe entwichene Sauerstoffmenge anzeigt, ziemlich …au der gefundenen Roheisenmenge M entsprechen und wenn …eses der Fall ist, so soll man selbst dann, wenn das Roheisen …cht zu einem Korne zusammengegangen war, die Probe nach …erthier als richtig ansehen können. Man darf hierbei jedoch …ine ganz scharfe Übereinstimmung der durch den Versuch ge…undenen und der berechneten Eisenmenge erwarten. Das Erden…as Nr. III empfiehlt Berthier als das leichflüssigste und da …s anwendbar, wo wenig oder gar keine Gangarten vorhanden …ind. Die feuerbeständigen Zuschläge wählt er unter Berück…ichtigung der Qualität und Quantität der gefundenen Schlacke …benden Bestandtheile des Erzes in der Art, dass die Schlacke …i der Probe eine dem Erdenglase Nr. III möglichst gleich…mmende Zusammensetzung gewinnt.

Diese Methode Berthiers, die Roheisenprobe noch durch …enge des bei ihr entweichenden Sauerstoffs zu controlieren, … in Frankreich, wenigstens bei den Eisensteinsunter-

suchungen, welche durch berg- und hüttenmännische Schri bekannt gemacht sind, fast ganz allgemein befolgt. In Bezug Genauigkeit in Bestimmung des wirklich im Eisensteine enthalte metallischen Eisens steht sie jedoch der nachfolgenden Meth von Fuchs nach. Aber Reductionsschmelzungen bei Ausschl sung aller nicht völlig feuerbeständigen Substanzen und bei Anw dung von genau gewogenen Mengen Quarz, kohlensaurer K erde und Kieselthon, deren Zusammensetzung man genau ke haben noch den Vortheil, dass man dadurch eine Controle d die Menge und Beschaffenheit der auf obigem Wege ermittel Schlacke gebenden Bestandtheile im Eisenerze erhält. Hat n nämlich die Zuschläge so gewählt, dass die möglichst leic flüssigste Schlacke entstehen muss, wenn das durch die do mastische Untersuchung gefundene Erdenverhältnis richtig ist. hat man diese Controle in der Menge und namentlich in d Beschaffenheit der beim Schmelzen entstandenen Schlacke.

Diese Controle setzt eine genaue Kenntnis der Ofentem ratur beim Versuche voraus. Sowohl hiezu, als auch zur E stellung der nachfolgenden Beschickungsproben für den Hohof betrieb ist eine Einrichtung erforderlich, welche die Erzielu einer stärkeren Hitze erlaubt, als die Ausführung der sub 1. b schriebenen Methode zur Untersuchung auf den Roheisengeh gerade nöthig macht. Ein kräftiges Gebläse für die Esse o ein sehr scharf ziehender Tiegelofen genügen jedoch v ständig.

§. 58. Eisenproben auf nassem Wege.

Allgemeines. Es gehören hierher die Proben von Fuchs und Marg ritte für nicht zu eisenarme Substanzen, sowie Herapat und Ragsky's Methoden zur Bestimmung geringer Eis mengen.

Die Methode, welche die genaueste dokimastische Best mung des in einem Eisenerze enthaltenen Eisens erlaubt u zugleich gestattet zu ermitteln, in welchem Oxydationszustan

das Eisen in ihm befindet, ist von Fuchs aufgefunden worden [1]).

A. Eisenprobe von Fuchs.

Verfahren.

Man löst 1 Probiercentner feingeriebener Substanzen (Eisenerz, Stabeisen, Roheisen &c.) in einem Überschusse von concentrierter Salzsäure auf, verwandelt durch vorsichtigen Zusatz von chlorsaurem Kali alles Eisenchlorür in Chlorid und treibt durch Kochen alles Chlor vollständig aus. Die nöthigenfalls verdünnte Lösung wird dann mit soviel Wasser verdünnt, dass sie den Kolben bis über die Hälfte anfüllt. Hierauf bringt man gewogene blanke Streifen von Kupfer (1½—2 Probiercentner) hinein, verschliesst den Kolben mit einem mit einer engen Glasröhre versehenen Kork, erhitzt die Flüssigkeit zum Sieden und erhält sie darin so lange, bis die anfänglich dunkelbraune oder rothe Farbe in eine blassgelblich grüne oder hellblaugrüne übergegangen ist. Es ist alsdann in Folge der Bildung von Kupferchlorür alles Eisenchlorid zu Chlorür reduciert. Das Ende der Reduction wird dann luftdicht verschlossen und die Flüssigkeit etwas erkalten gelassen. Dann füllt man den Kolben mit heissem Wasser an, giesst die Flüssigkeit vom ungelösten Kupfer ab, wäscht dieses zunächst mit verdünnter Salzsäure, dann wiederholt mit Wasser ab und trocknet und wiegt es. Aus dem Gewichtsverlust lässt sich dann der Gehalt an Eisen berechnen, indem sich das Atomgewicht des Kupfers (31,7) zu dem des Eisens (28) verhält, wie die aufgelöste Kupfermenge zu der gesuchten Menge Eisen. 28 Eisen entsprechen 36 Eisenoxydul und 40 Eisenoxyd.

Löst sich ein Eisenerz schwer (manche Rotheisensteine) oder unvollständig in der Salzsäure auf (wie einige Silicate von Eisenoxyd, manche Thoneisensteine, eisenreiche Diorite und Grauwacken &c.), so muss das Erz zuvor durch Glühen mit kohlensaurem Natron-Kali (pag. 257) aufgeschlossen werden.

Theorie.

Diese Methode gründet sich darauf, dass chemisch reine

[1]) Erdmann's Journal für praktische Chemie, Bd. XVII., 160 und Bd. XVIII., 495, oder *Dingler's polytechn. Journ.*, Bd. LXXIII., Heft 1.

Salzsäure, wenn der Luft der Zutritt nicht gestattet wird, kein Kupfer aufzulösen vermag, dass sie aber davon, wenn Eis oxyd hinzukommt oder vorher schon darin enthalten ist, ei diesem entsprechenden Theil auflöst.

Dabei wird einerseits Eisenchlorür, andererseits Kupferchlor gebildet. $Fe^2 Cl^3 + 2 Cu = 2 Fe Cl + Cu^2 Cl$. Es re cieren demnach 2 Atom Kupfer (63,4 Theile) 1 Atom Eis oxyd (80 Theile), worin 2 Atom Eisen (56 Theile) enthalten si

Es verhält sich also das doppelte Atomgewicht des Kupf (63,4) zu dem Atomgewicht des Eisenoxydes (80), wie die a gelöste Menge Kupfer (m) zu der zu suchenden Menge Eis oxyd. Oder das einfache Atomgewicht des Kupfers (31,7) dem des Eisens (28), wie die aufgelöste Menge Kupfer (m) der zu suchenden des Eisens.

Störende Einflüsse.

Dieses sehr einfache Verfahren liefert nur in dem Falle richtige Resultate, wenn Arsensäure vorhanden ist oder gebildet hat, weil diese das Kupfer ebenfalls oxydiert und eine Auflösung desselben in Salzsäure veranlasst. Dabei bede sich das Kupfer mit schwärzlich grauen Schuppen von Ars kupfer. In einem solchen Falle glüht man das Erz mit d 3fachen seines Gewichtes entwässerter Soda, laugt die Masse und behandelt den Rückstand mit Salzsäure. Die Arsensäure mit Natron verbunden ins Filtrat gegangen. Hält das Eisen aber Titan, so muss die Zersetzung der sauren Eisenchlori lösung durch Kupfer nicht in der Siedehitze, sondern in ein niedrigen Temperatur ausgeführt werden, weil die Titansäure der erhöheten Temperatur Sauerstoff an das Kupfer abgibt, s in Titanoxydul umändert und als solches in Salzsäure aufl In einer niedrigen Temperatur findet die Reduction der Tit säure zu Titanoxydul durch Kupfer nicht statt, daher wird a das Kupfer dann durch die Titansäure nicht oxydiert und v der Salzsäure auch nicht aufgelöst werden. Die gewöhnlich Beimengungen der Eisenerze üben keinen nachtheiligen Einfl aus und hindern eine genaue Bestimmung des Eisengehaltes nic Kieselerde, Thonerde, Kalkerde, Talkerde, Titanoxyd (bei der Z setzung in niedriger Temperatur), Manganoxydul, Phosphorsä und Schwefelsäure können ohne Nachtheil vorhanden sein, ind

diesem Fall nicht mehr und nicht weniger aufgelöst wird, als nn sie nicht vorhanden sind. Kupfer oder ein Kupferydsalz (Kupferchlorid) würden, wenn sie vorhanden sein lten, natürlich ein falsches Resultat zur Folge haben.

Fuchs bezeichnet als Vorsichtsmassregeln zur Ausführung ser dokimastischen Probe:

Vorsichtsmassregeln.

1. die Anwendung eines reinen Kupfers. 100 Theile Eisenyd verlangen 80 Theile Kupfer und 100 Theile metallisches en 114 Theile desselben. Die Erfahrung zeigt, dass es gut , etwas mehr Kupfer zuzusetzen, um das zurückbleibende pfer, ohne solches zu zerreissen und zu zerbröckeln, gut abschen zu können.

2. die Salzsäure, welche rein und ziemlich concentriert sein ss, im Überschusse anzuwenden; einmal, damit sie während r Operation, bei welcher immer ein grosser Theil verdampft rd, bis an das Ende in hinreichender Menge vorhanden sei das Kupfer bedecke, dann auch, damit das sich bildende pferchlorür durch sie aufgelöst erhalten werde. Man kann ch nöthigenfalls gegen das Ende der Operation etwas Salzsäure ntragen; am besten in erwärmtem oder mit heissem, luftem Wasser versetztem Zustande, vorausgesetzt, dass man Titansäure in der Auflösung erwartet. (Über die Löslichk der Eisenerze in Salzsäure siehe pag. 269.)

3. hat man dafür zu sorgen, dass alles Eisen auf das Maxim der Oxydation gebracht ist, bevor das Kupfer eingetragen rd, weil sonst der Eisengehalt unrichtig zu niedrig gefunden rden würde. Salpetersäure ist dazu nicht anzuwenden, weil Überschuss derselben nur umständlich entfernt werden kann durch sie dann ein Theil des Kupfers aufgelöst werden rde. Am bequemsten bewirkt man die Oxydation durch einen reichenden Zusatz von chlorsaurem Kali. Man wendet dieses in Krystallen und nicht in Pulverform an, weil sonst die wirkung zu heftig ist, ein starkes Aufwallen der Flüssigkeit und viel chlorige Säure wirkungslos verloren geht. Hierauf die Flüssigkeit zum Si[illegible] gebracht und einige (3—4) darin erl[illegible] verflüchtigen. Wenn [illegible]keit [illegible]ie nicht mehr

siedet, kann man das Kupfer eintragen. Wenn man aber Tit
in der Auflösung erwartet, so darf der Zusatz des Kupfers er
nach dem dem völligen Abkühlen geschehen. Rathsam ist e
jedoch, besonders wenn viel Eisenoxydul vorhanden war, sic
vor dem Einbringen des Kupfers zu überzeugen, ob es vollständi
in Eisenoxyd verwandelt worden. Dieses geschieht dadurch
dass man mittelst eines Glasstabes einen Tropfen von der Flüssig
keit herausnimmt und in eine geringe Menge einer Auflösung
von Kaliumeisencyanid bringt. Wird diese dadurch braun ge
färbt, so kann man überzeugt sein, dass sich alles Eisen auf dem
Maximum der Oxydation befindet; wird sie aber bläulich, s
ist es ein Zeichen, dass noch Eisenoxydul (Eisenchlorür) vor
handen.

4. Während der Operation ist dafür zu sorgen, dass di
Luft nicht einwirken kann. deshalb muss man, wenn das Kupfe
eingetragen ist, die Flüssigkeit so schnell als möglich zum Siede
bringen und dieses ohne Unterbringung fortsetzen. Darum mus
man auch die Operation in einem mit einem durchbohrten Stöpse
versehenen Kolben vornehmen, der aber doch ziemlich geräu
mig sein muss, damit nicht bei dem bisweilen stattfindende
Aufstossen der Flüssigkeit etwas hinausgeschleudert wird. I
Titansäure vorhanden, so erfolgt die Zersetzung am besten i
einem verschlossenen Kolben in niedriger Temperatur.

5. Als Kennzeichen für die Beendigung der Operation dien
die Farbe der Flüssigkeit. Bald nachdem das Kupfer zugesetz
worden, wird sie dunkelbraun; nach einiger Zeit hellt sie sic
aber auf und wird blassgelblich grün. Wenn man bei fortge
setztem Kochen keine weitere Veränderung bemerkt, so kann
man die Operation für beendigt ansehen. Bei der darauf folgende
Verdünnung mit Wasser zeigt sie sich bei Vorhandensein vo
viel freier Salzsäure wasserklar, bei weniger Salzsäure wird sie
von ausgeschiedenem Kupferchlorür milchigt.

6. Um die Auflösung von dem unaufgelösten Kupfer zu ent
fernen, giesst man ausgekochtes heisses Wasser zu und füllt den
Kolben ganz damit an. Dann giesst man sogleich alles ab und
wiederholt dieses noch einmal. Zuletzt wird das rückständige
Kupfer, welches, wenn die Zersetzung nicht in niedriger Tem

geschah, gewöhnlich einen bräunlichen oder schwärzlichen
hat, mit verdünnter Salzsäure, dann Wasser sehr sorgsam
aschen. Bei dieser Reinigung kann man zweckmässig
weiche Leinwand oder eine Zahnbürste, mit welcher man
upfer gut und etwas stark abwischt, benutzen. Es darf
jedoch der dunkle Überzug — welcher feinzertheiltes Kupfer
scheint, entstanden an der Oberfläche der Masse durch die auf-
e Kraft des Eisenchlorides — nicht entfernt werden. Das Kupfer
ei mässiger Stubenofenwärme rasch getrocknet und dann aus-
gen. In sehr vielen, ja selbst in den meisten Fällen genügt zur
mung des in Säuren unlöslichen, Schlacke gebenden Rück-
s ein anhaltendes Digerieren des Eisenerzes mit Salzsäure.
ieses der Fall ist, wird man, soll noch eine genauere Eisen-
mung vorgenommen werden, die Anwendung des Königs-
rs sehr zweckmässig vermeiden und statt dessen nur chemisch
Salzsäure benutzen, da man dann die bei der Bestimmung des
ichen Rückstandes pag. 254 sub c. gewonnene Lösung auch
zu der Behandlung mit metallischem Kupfer verwenden kann.
ind in dem Eisenerz Eisenoxyd und Eisenoxydul zu-
enthalten und will man die Menge eines jeden bestimmen,
ss der Versuch zweimal gemacht werden; einmal vor der
ation und zum zweiten Male nach derselben. Bei dem
Versuche findet man nur die Menge des Eisenoxydes,
e bereits im Eisenerze enthalten war, weil das Kupfer nur
isenoxyd, aber nicht das Eisenoxydul in der Auflösung ver-
t. Zieht man nun die durch den ersten Versuch gefundene
xydmenge von dem Eisenoxyde ab, welches die Probe bei
zweiten Versuche nach der Oxydation ergibt: so erfährt
durch den Rest diejenige Oxydmenge, welche auf Eisen-
l reduciert werden muss, um den Gehalt des letzteren im
rze zu finden. 100 Theile Eisenoxyd entsprechen 90 Theilen
xydul. Um die höhere Oxydation des Eisenoxyduls beim
en durch Luftzutritt zu vermeiden, versieht man den Kolben
nem doppelt durchbohrten Korke. Durch die eine Öffnung
man durch eine bis etwa zur Mitte des Kolbens reichende
hre, welche mit einem Gasentwicklungsapparate (pag. 85)
bindung steht, Kohlensäure zu, während die andere Öffnung

Bestimmung von Eisenoxyd und Eisenoxydul.

den Dämpfen den Austritt gestattet. Auch kann man Kohlensäure zuzuleiten von Zeit zu Zeit etwas doppelt ko saures Natron oder reinen Marmor zur Flüssigkeit thun. Bestimmung der Menge des Eisenoxyduls und Eisenoxyds in e Eisenerze wird aber nach dieser Methode fehlerhaft, wenn selbe zugleich Manganoxyd oder Manganoxyduloxyd en weil das Manganoxyd Veranlassung gibt, dass sich ein des im Erze vorhandenen Eisenoxyduls während der Auflö in Salzsäure höher oxydiert. (Vergl. hierüber noch die Ma erzprobe.)

Genauigkeit dieser Probe.

Löwe [1]) hat durch eine Reihe von Bestimmungen ge dass diese leicht auszuführende Probe zur Ermittelung des E gehaltes einer grossen Genauigkeit fähig sei, wofür auch spricht, dass Fuchs [2]) sich mittelst derselben überzeugte, Berzelius die stöchiometrische Zahl des Eisens zu gering genommen habe, wie die neueren Äquivalentbestimmungen Svanberg, Nolin und Berzelius selbst constatieren.

Kraut [3]) findet dagegen, dass Löwe's Resultate, wi seinigen, auf Procente berechnet, Fehler von 1—3 Procen geben und glaubt, die Methode würde erst dann eine ge sein, wenn man den Punct, wo die Eisenoxydlösung zu Ox reduciert ist, schärfer bestimmen könne. Nach Weeren [4]) man das 20—25fache Kupfer vom Eisen anwenden.

B. Titrierprobe von Margueritte [5]).

Theorie.

Diese Methode beruht darauf, dass man bestimmt, wie Masstheile einer Lösung von übermangansaurem Kali (Chamä von gekanntem Gehalte durch die Eisenoxydullösung einer stimmten Menge von Eisenerz &c. ihrer rothen Farbe ber

---

[1]) Erdm., Journ. f. prakt. Chem. LXI., 127.

[2]) Dingl., polyt. Journ. XCIII., 307.

[3]) Pharmaceut. Centralbl. 1854, p. 864.

[4]) Erdm., Journ f. prakt. Chem. LXIV., 61.

[5]) Dingl., polyt. Journ. C, 381. — Berg- und hüttenm. Ztg. p. 140. — Schwarz, Massanalysen 1853, p. 55. — Mohr, L d. chem.-analyt. Titriermethode 1855, p. 151. — Wöhler, Übungen in der chemischen Analyse 1853, p. 148.

erden, indem sich das Eisenoxydul auf Kosten des Chamäleons her oxydiert, wobei letzteres seine Farbe verliert. 10 Fe Cl + KO, $Mn^2 O^7$ + 8 Cl H = 5 $Fe^2 Cl^3$ + K Cl + 2 Mn Cl + HO. 1 Äq. = 1,980 Gramm krystallisiertes Chamäleon verwandelt das Eisenoxydul von 10 Äq. = 3,500 Gramm reinem Eisen in Oxyd.

Man löst eine dem Eisen äquivalente Menge Eisenerz &c., Verfahre
nämlich 3,5 Gramm = 95,8 Probierpfund, in einem geräumigen Kolben unter Erhitzen in concentrierter Salzsäure auf, filtriert war bei einer bedeutenden Menge Rückstand und kocht die etwas verdünnte Lösung so lange mit granuliertem eisenfreiem Zink, bis sie blassgrün geworden, also das Eisenoxyd in Oxydul übergangen ist. Man erkennt diesen Punct daran, dass Rhodankaliumpapier mit einem Tropfen Eisenlösung im ersten Augenblick einen rothen Fleck gibt. Man giesst hierauf die Lösung vom Zink ab, spült letzteres mit Wasser ab, verdünnt die Lösung mit dem Waschwasser und setzt aus einer in Cubiccentimeter getheilten Gay-Lussacschen Bürette (Taf. IV. Fig. 95) unter beständigem Bewegen so lange eine titrierte Chamäleonlösung hinzu, bis die gelbe Farbe, welche die Lösung annimmt, durch den nächsten Tropfen in Hellroth übergegangen ist. So lange die eingetröpfelte Chamäleonlösung schnell verschwindet, kann man ohne Gefahr stets zutröpfeln; wenn aber gebildete rothe Wolken genugsam weggehen, so muss man mit dem Zutröpfeln behutsamer sein. Die rothe Farbe der Flüssigkeit pflegt einige Zeit nach dem Versuche zu verschwinden.

Während man gewöhnlich den Meniskus (pag. 239) abliest, geschieht das Ablesen des Chamäleons wegen seiner intensiven Farbe, welche den concaven Bogen der Oberfläche der Flüssigkeit nicht warnehmen lässt, am Rande. Dieser tritt am besten wie eine gerade Linie hervor, wenn man sich mit dem Rücken gegen das Fenster stellt, die Bürette etwas seitlich ins volle Licht hält und ein weisses Papier hinter die Bürette bringt.

Wenn die Chamäleonlösung so titriert ist, dass 100 Cubiccentimeter davon 3,50 Gramm Eisen entsprechen, so drückt die Anzahl der verbrauchten Cubiccentimeter unmittelbar die Procente Eisen im Erze aus. Sollte das angewandte Zink eisenhaltig sein, so

müsste man nach dem beschriebenen Verfahren dess
bestimmen, die Menge des zur Reduction des Eisenchlo
ten Zinkes ermitteln und dann den vom Zink herrühr
halt von dem ganzen gefundenen Eisengehalt in A

des Die Chamäleonlösung wird auf nachstehende V
ns. Ein Gemenge von 8 Theilen sehr fein geriebe
Braunstein, (strahligem Pyrolusit), mit 7
saurem Kali wird mit einer sehr concentrierter
10 Theilen Kalihydrat in Wasser durchtränkt, un
Masse unter öfterem Umrühren mit einem Eisens
bis zur Dunkelrothgluth erhitzt. Bei zu starker Hi
das gebildete mangansaure Kali zersetzen. Wenn d
nach etwa 1 Stunde oder länger schwach glüht
liges Gemenge bildet, nimmt man den Tiegel aus d
schüttet die noch heisse Masse in eine Kupfersch
zu grobem Pulver und trägt sie in eine grosse Me
Wassers ein. Dabei bildet sich anfänglich eine
von mangansaurem Kali, diese geht aber bei fortges
in übermangansaures Kali von rother Farbe und in
oxydhydrat über, welches sich absetzt. $3\,MnO^3$
MnO^2. Sobald die Lösung rein purpurroth gewor
sie absetzen und giesst nach etwa 12 Stunden
vom Bodensatz ab. Letzterer wird in hohen Glasc
mals mit Wasser ausgewaschen und das Auswa
Verdünnung der concentrierten Lösung benutzt.

Ist beim Glühen des obigen Gemenges die Hit
so bleibt chlorsaures Kali unzersetzt, welches, d
verunreinigend, beim Versuche störend wirken ka
deshalb besser das Chamäleon dadurch dar, dass
welches in einem Silbertiegel geschmolzen ist, fe
Braunstein einträgt und die Masse nachher mit W
Erscheinen der schön rothen Farbe auskocht.

e mit Hülfe der Wärme auf, verdünnt mit dem vielfachen
m kalten ausgekochten Wassers und lässt die Chamäleonlösung
zur Entstehung einer röthlichen Färbung zutropfen. Nach-
die verbrauchte Menge abgelesen worden, verdünnt man
ganze Lösung genau mit soviel Wasser, dass 100 Cubiccenti-
ter davon 3,5 Gramm Eisen entsprechen.

Kupferoxydulsalze, arsenige Säure und organische Substanzen, Störende E
lche von der Chamäleonlösung oxydiert werden, machen die Probe flüsse.
genau. Erstere müssen zuvor durch Zink ausgefällt werden. Die
sung bewahrt man zum Schutz gegen organische Substanzen
wohlverschlossenen Gefässen im Dunkeln auf und überzeugt
h von Zeit zu Zeit von ihrem Titre. Eine gewöhnliche Quetsch-
hnbürette (pag. 93) ist wegen des Kautschuks nicht anwendbar,
an müsste denn den Quetschhahn oben an der Bürette an-
ingen. Eine solche Bürette lässt jedoch leicht Tropfen fallen.
i Anwendung der Taf. IV. Fig. 95 abgebildeten Bürette darf
Chamäleonlösung mit dem Korke nicht in Berührung kommen.
besten bläst man durch die kurze Röhre im Stöpsel die
mäleonlösung durch das Ausgussrohr aus.

Diese Probe gibt sehr genaue Resultate, steht aber in Be-
der Einfachheit der Fuchsschen Probe nach. Die Cha-
leonlösung ändert unter allmähligem Absatz von Manganoxyd
Titre und muss deshalb oft mit Eisen titriert werden.

C. Colorimetrische Eisenprobe.

Die nachstehende, von Herapath [1]) angegebene colori- Theorie
trische Probe gestattet eine schnelle approximative Bestimmung
ringer Eisenmengen und ist der colorimetrischen Kupferprobe
n Heine (pag. 223) nachgebildet. Dieselbe beruht auf der
genschaft der Eisenchloridlösungen, mit einer Lösung von
hwefelcyankalium (Rhodankalium), C^2NK, $'S^2$, zusammenge-
acht, eine lebhaft blutrothe Färbung von Eisenschwefelcyanid
rvorzubringen. Aus der Quantität und Farbenintensität einer
sung der zu untersuchenden Substanz lässt sich der Eisenge-
t ermitteln, wenn man die Lösung mit Normalflüssigkeiten von
timmter Farbenintensität, welche einem gekannten Eisenge-
te entsprechen, vergleicht. Die Anwesenheit der Oxydsalze des

[1]) Erdm., J. f. pr. Chem. LVI., 255.

Kupfers, Nickels und Kobalts machen die Reaction unsicher, indem diese mit Schwefelcyankaliumlösung auch gefärbte Lösungen geben und zwar respective braune, grüne und rothe. Kupferoxydulsalze werden von dem Rhodankalium als $Cu^2 S^2Cy$ (Rivot's Kupferprobe) gefällt, die andern Metalle sind unschädlich. Eisenoxydullösungen werden durch Rhodankalium blaugrün gefärbt.

Normallösungen. Die Anfertigung der Normallösungen [1]) geschieht auf die Weise, dass man verschiedene Mengen reinen Eisendraht (8, 4, 2, 1 und $^1/_2$ Probierpfund oder resp. 292,32 — 146,16 — 73,08 — 36,54 — 18,27 Milligramm) in reiner Salzsäure auflöst, zur Verwandlung des Eisenchlorürs in Chlorid etwas chlorsaures Kali zusetzt und die Lösung zur Austreibung des Chlors einige Zeit erhitzt (Salpetersäure ist als Lösungsmittel nicht anwendbar, weil dieselbe die zu erzeugende rothe Flüssigkeit durch Zerstörung des Schwefelcyans entfärbt). Hierauf setzt man zur erkalteten Lösung so lange Schwefelcyankaliumlösung, bis dieselbe an Intensität nicht mehr zunimmt, verdünnt die geröthete Flüssigkeit in einem Messgefässe (z. B. bis zu 8 Unzen = 244 Cubiccentimeter Flüssigkeit) mit Wasser und bewahrt die auf diese Weise dargestellte Normallösung mit bestimmten Eisengehalten und verschiedener Farbenintensität, wie bei der Heine'schen Probe, in wohlverschlossenen oblongen Gläsern im Dunkeln auf, welche eine schärfere Bestimmung der Farbenintensität zulassen als Cylinder.

Über 8 Probierpfund hinauf werden die Nüancen zu tief, um eine hinreichend genaue Vergleichung vornehmen zu können.

Verfahren. Die Bestimmung des Eisengehaltes in einer Substanz geschieht auf die Weise, dass man einen Prociercentner davon, nöthigenfalls unter Zusatz von etwas chlorsaurem Kali, in Salzsäure löst, etwas Schwefelcyankalium hinzusetzt, wenn nöthig, filtriert, das Volumen des Filtrates (z. B. nach Unzen) bestimmt und die Intensität desselben mit der der Normalflüssigkeiten vergleicht. Ist die Probeflüssigkeit dunkler als die dunkelste Normalflüssigkeit,

---

[1]) Mittheilungen des Clausthaler Vereins Maja, herausgegeben von B. Kerl und B. Osann. Halle 1856, Heft 1, p. 13.

muss sie so lange mit Wasser verdünnt werden, bis sie an Intensität einer der Normalflüssigkeiten gleicht. Hätte man z. B. Unzen Flüssigkeit von einer Intensität erhalten, welche der rmallösung mit 8 Pfd. Eisen (in 8 Unzen) entspricht, so er-t sich der gesuchte Eisengehalt nach der Proportion 8 : 8 = x = 6 Pfd. im Centner.

Wird die Probesubstanz von Salzsäure nicht zersetzt (z. B. anche Hohofenschlacken), so muss sie vorher durch Schmelzen t dem 3fachen kohlensauren Kali-Natron (13 Kali- und 10 Natron-lz) aufgeschlossen, die Masse in Wasser aufgeweicht, in Salz-ure bei Zusatz von chlorsaurem Kali gelöst, zur Trockne ver-nstet, in salzsäurehaltigem Wasser gelöst, die Kieselerde ältriert, ausgewaschen und das Filtrat mit Rhodankalium be-ndelt werden.

Diese Probe ist nicht praktisch, indem die Muster- Beurtheilun
ssigkeiten oft schon kurze Zeit nach ihrer Bereitung ihre Nüancen der Probe
echseln und heller werden, selbst bei der Aufbewahrung im nkeln. Nach Müller[1]) ändert sich die Färbung je nach dem halt an freier Säure und freiem Rhodankalium, und zwar anciert dieselbe mehr in Roth, je mehr Säure vorhanden ist, hrend der Farbenton um so brauner wird, je weniger Säure n anwendet. Ein Überschuss an Rhodankalium entfärbt die sung um so leichter, je weniger Säure vorhanden ist.

Ragsky[2]) hat das Verfahren, wie Jacquelain und von Modification
bert das Heinesche, auf die Bestimmung jedes beliebigen dieses Ver
sengehaltes ausgedehnt. Man löst nach demselben 1 Gramm fahrens.
obesubstanz unter Zusatz von chlorsaurem oder chromsaurem li in Salzsäure und verdünnt die Flüssigkeit in einer graduierten hre mit Wasser bis auf ein Volumen von 500 Cubiccentimetern. r Ermittelung des Farbentones wendet man zwei vollkommen eiche Gefässe an, deren jedes ein Liter fasst. In das eine, elches zur Vergleichung dient, bringt man eine 20 Milligramm sen enthaltende Lösung mit dem nöthigen Schwefelcyankalium

[1]) Bergwerksfreund XIX., 7.
[2]) Jahrb. d geolog Reichsanstalt 1852, Nr. 4. — Berg- und hüttenm. Ztg. 1854, Nr. 34, p. 280.

und füllt es bis zum Theilstrich mit Wasser. In das zweite kor die Lösung einer gleichen Menge Schwefelcyankalium, welc man so viel von der sauren Lösung der Probesubstanz zus bis sie, ebenfalls auf 1 Liter verdünnt, mit dem ersten ei vollkommen gleichen Farbenton darbietet. Hätte man hierzu 50 Cubiccentimeter der Erzlösung nöthig gehabt, so müssen d ebenfalls 20 Milligramm Eisen enthalten. 1 Gramm der Subs enthält demnach 200 Milligramm = 20 Proc. Eisen.

Diese Probe ist nicht genauer, wohl aber mislicher und ständlicher, als die Fuchssche Eisenprobe. Das Schwefelcy kalium wird nach Liebig auf nachstehende Weise bere

Bereitung von Schwefelcyankalium.

Man erhitzt 46 Theile geröstetes Blutlaugensalz, 17 Theile koh saures Kali und 32 Theile Schwefel, bis die Masse ruhig klar fliesst, glüht zuletzt gelinde, um das gebildete unterschwe saure Kali zu zerstören, kocht die erkaltete Masse mit Wein aus und filtriert. Während auf dem Filter Doppeltschwefele und schwefelsaures Kali zurückbleiben, liefert das was helle Filtrat Krystalle von Schwefelcyankalium. Es ist zw mässig, dieselben nicht in grösserer Menge aufzulösen, son im festen Zustande aufzubewahren, weil sich die Lösung allm lig unter Bildung von Ammoniak zersetzt. Das Rhodankaliu narkotisch giftig, wie Blausäure.

§. 59. Beschickungsproben für den Hohofen betrieb.

Zweck.

Man bezweckt bei diesen Untersuchungen durch kl Schmelzproben zu erfahren, wie sich für den Betrieb des ofens gattierte (d. h. unter einander vermengte) und besch (d. h. nöthigen Falles noch mit Flusszusätzen versehene) E erze beim wirklichen Verschmelzen in demselben verh werden und zwar einmal, ob Schlackenmenge und darste rer Roheisengehalt in einem passenden Verhältnisse zu eina stehen, dann aber besonders, ob die zu erwartenden Schla einen erwünschten Grad von Schmelzbarkeit haben; ode letzteres nicht der Fall, welche erdigen Körper und w Mengen derselben man am zweckmässigsten der Beschickun

zen muss, um dieses Ziel am sichersten und vollständigsten erreichen.

Durch den Hohofenprocess will man aus gegebenen Eisensteinen bei dem geringsten Brennmaterialverbrauche die möglichst grösste Menge Roheisen erzeugen. Abgesehen von anderen Hülfsmitteln, welcher man sich zur Erlangung dieses Zweckes bedient, richtet sich also die Erreichung desselben einmal nach der Reichhaltigkeit der Beschickung, dann aber auch nach der grössern oder geringern Leichtflüssigkeit derselben. Es kann sehr wohl der Fall eintreten, dass man zu derselben Roheisenproduction aus einer reichhaltigen aber strengflüssigern Beschickung weit mehr Kohlen verbraucht, als aus einer ärmeren, aber leichtflüssigeren Beschickung.

Die Beschickungsproben bezwecken nun, diejenige Gattierung und Beschickung aufzufinden, bei denen obiges Ziel am besten erreicht wird. Sie können jedoch für den Hohofenbetrieb selbst nur ein Anhalten geben, keinesweges aber entscheidend sein, weil die Umstände, unter denen die Beschickungsproben nur vorgenommen werden können, von dem wirklichen Betriebe abweichen. Man wird also beim Hohofenbetriebe selbst, ehe man die Beschickung für ihn ganz feststellt, die Schmelzproben fortsetzen müssen. Beim Anlassen des Hohofens wählt man — vorausgesetzt, dass man durch einen älteren Betrieb nicht schon im Reinen mit diesen Fragen ist — die durch die Beschickungsproben gefundene passendste Zusammensetzung der Beschickung; untersucht aber dann später durch Änderungen derselben beim Hohofenbetriebe selbst, ob sie wirklich die angemessenste ist oder ob sie noch modificiert werden muss.

Allgemeine

Bevor man die Beschickungsproben beginnt, muss man die Eisensteine sowohl auf den darstellbaren Roheisengehalt, als auch auf die Schlacke gebenden Bestandtheile dokimastisch untersucht haben, wenn man sie nicht aufs Gerathewohl anzustellen und dadurch bis fast ins Unendliche auszudehnen beabsichtigt.

Man hat noch zu beachten, dass etwa 55 Procent Roheisen aus einer Beschickung ziemlich das Höchste ist, was man des übrigen Hohofenbetriebes wegen zulassen kann. Eine Hohofen-

beschickung, die weniger als 22—25 Procent Roheisen lie
möchte nicht mehr vortheilhaft sein.

Es ist gar wohl möglich, dass sich aus den vorhande
Eisensteinen zwei oder mehrere verschiedene Beschickungen
sammensetzen lassen, von denen die eine z. B. mehr für B
stahleisen, die andere mehr zum Giessereibetriebe &c. passt
bestimmt ist. Derartige Untersuchungen gehören aber ber
ganz in das Gebiet der Hüttenkunde und diese und ähnliche Fra
müssen bereits erledigt sein, auch muss man bestimmt hab
welche von den Eisensteinsgattungen, über die man verfü
kann, in die Beschickung eingehen sollen, deren zweckmässig
Zusammensetzung man durch die Beschickungsproben suchen w

Hat man — bedingt durch den Grubenbetrieb, Schwe
und Phosphorgehalt, Gestehungskosten oder durch ähnliche U
stände — Gründe, von dem einen oder dem andern Eisenste
möglichst viel, von einem andern möglichst wenig zur Beschick
zu nehmen, so müssen diese Data vor Anstellung der Beschickun
proben ebenfalls bekannt sein.

Für die Beschickungsproben berücksichtigt man dasjeni
was in dem spätern Abschnitte über die Schmelzbark
verschiedener Silicate angeführt werden soll, da ger
nur dieses zu einer richtigen Mengung (Gattierung) der versch
denen Eisensteine, wie zur Erkennung des dann noch et
nöthigen Erdenzusatzes führen kann. Man behält eine möglic
reiche Beschickung und alle sonst wünschenswerthen Neben
stimmungen fortwährend im Auge und sucht die unter den v
handenen Umständen möglichst leichtflüssige Schlacke.

Alle Beschickungsproben werden in Kohlentiegeln angest
und wie zu Roheisenproben hergerichtet. Eisenstein und et
nöthige erdige Flusszusätze werden genau vermengt, aber ih
niemals Kohlenstaub zugesetzt. Man lässt auch jetzt die dü
bedeckende Lage von Flussspath zwischen der in den Tiegel
brachten Beschickung und der überdeckenden Schicht von Kohl
staub weg. Dass man sich aller Zusätze zu enthalten hat, wel
nicht wirklich unter den localen Verhältnissen beim Hohofen
triebe angewendet werden können, versteht sich von selbst.

Die Temperatur, welcher man die Beschickungsproben

setzt, muss etwas höher sein, als man sie zur Anstellung der gewöhnlichen Proben auf Roheisen bedarf. Eine aus 56 Kieselerde, 14 Thonerde und 30 Kalkerde bestehende Schlacke muss in ihr leicht und vollständig zum guten Flusse gelangen.

Bemerkt muss noch werden, dass man nicht ängstlich nach einer stöchiometrisch richtigen Zusammensetzung der Schlacken zu streben hat, da Analysen guter Hohofenschlacken nachgewiesen haben, das nicht immer diejenigen Schlacken die besten sind, welche genau nach einfachen stöchiometrischen Zahlen zusammengesetzt sind; darin aber stimmen alle hüttenmännischen Erfahrungen überein, dass sie für die Richtigkeit dessen Beweise liefern, was in dem Abschnitte über die Schmelzbarkeit der Silicate angeführt werden wird.

Vierter Abschnitt.

Proben auf Silber.

§. 60. Classification der Silberproben.

Die Ermittelung des Silbergehaltes in Erzen, Hüttenproducten &c. kann auf trockenem und auf nassem Wege geschehen.

Die Silberproben auf trockenem Wege gehören zu den ältesten und genauesten, welche die Probierkunst besitzt. Zu ihrer richtigen Ausführung ist besonders Aufmerksamkeit und Übung erforderlich, dann noch eine gehörige Wahl des Untersuchungsweges für den bestimmten speciellen Fall. Sämmtliche Proben auf trockenem Wege laufen darauf hinaus, das im Probiergute enthaltene Silber an Blei zu binden und aus dem silberhaltigen Blei (Werkblei) das Blei durch einen Oxydationsprocess (Abtreiben) zu entfernen, welcher in einem porösen Gefässe (Capelle) vorgenommen wird. Letzteres saugt das gebildete Oxyd nebst fremden Oxyden ein, während das Silber zurückbleibt.

Dieses Verfahren ist mehrfachen Ursachen von Irrthümern

unterworfen, wohin hauptsächlich die Silberverluste gehören welche durch die Verflüchtigung des Silbers und durch seine Oxydierbarkeit entstehen.

Flüchtigkeit des Silbers. Das Silber ist an und für sich etwas flüchtig und gibt, wenn es dampfförmig mit der Luft in Berührung kommt, einen rothen Rauch (Löthrohrverhalten). Häufig wird das Silber durch gewisse andere Substanzen, die bei erhöhter Temperatur flüchtig werden, zur Verflüchtigung disponiert, besonders durch die mit dem Silber oft vorkommenden Verbindungen von Arsen, Antimon, Zink und Blei, sowie durch eine Beimengung von Kochsalz, wie dies die Versuche von Plattner [1]), Malaguti und Durocher [2]), Klasek [3]) u. A. dargethan haben.

Das Silber ist an und für sich schwer oxydierbar, wird aber durch überschüssig vorhandenes Bleioxyd oxydiert, verharrt mit diesem im Oxydationszustande und geht gemeinschaftlich damit **Capellenzug.** in die Capelle, wodurch der Silberverlust durch Capellenzug entsteht. Dieser Verlust nimmt mit dem Silbergehalte des Probiergutes zu, lässt sich dagegen bei geringen Silbermengen, wie Malaguti's und Durochers Versuche (c. l. p. 5) ergeben haben, kaum ermitteln. Derselbe wird bei silberarmem Probiergut und namentlich bei merkantilischen Erzproben nicht in Anrechnung gebracht wegen des Silberverlustes bei der Zugutemachung der Erze auf Silber im Grossen sowohl, als auch wegen des unvermeidlichen Capellenzuges beim Probieren der ausgebrachten Brandsilber; dagegen aber findet er Berücksichtigung bei den silberreichen Legierungen nach Tabellen, deren Zusammenstellung sich auf die Resultate von genauen Versuchen gründet (siehe bei den Feinproben).

Nach Plattner [4]) ist der Capellenzug bei einem Gehalte von 1 Procent Silber zwar auf der Waage gar nicht merklich

---

[1]) Berg- u hüttenm. Ztg. 1854, p. 125. — Bergwerksfreund XVII, 706. — Kerl, metallurg. Hüttenkunde I., 42.

[2]) Malaguti und Durocher, über das Vorkommen und die Gewinnung des Silbers. Deutsch von Hartmann. Quedlinburg 1851.

[3]) Österr. Zeitschr. 1856, p. 5. — Bergwerksfreund XIX., 33.

[4]) Plattner, Probierkunst mit dem Löthrohre 1853, p. 545, 548.

es aber, je grösser das auszuwiegende Silberkorn ist und, Procenten berechnet, nimmt er wieder zu, je kleiner das korn ist.

Nach Bodemann beträgt der Capellenzug bei Erzen von n Loth Silber im Centner 2—5 Procent des Silbergehaltes. it. Andreasberger Silberhütte nimmt man den Capellen- nach Seidensticker nach Procenten des aus den Silber- erhaltenen Silberkornes an zu

Procent	bei	1¼—4	Loth Silber im Centner Erz.
„	„	4¼—8	
„	„	8¼—16	
„	„	16¼—24	
„	„	24¼—480	

Auf die Grösse des Capellenzuges üben einen wesentlichen ıss noch ein die beim Abtreiben angewandte Bleimenge und eratur, sowie die grössere oder geringere Porosität der llen.

Wird die in die Capelle gesogene Glätte durch eine Blei- reduciert und das gewonnene Blei von mehreren solchen n gesammelt, dann ohne Zusatz von Probierblei verschlackt abgetrieben, so kann man die Grösse des Capellenzuges be- nen. Es findet zwar bei diesem Abtreiben abermals ein Ver- n Silber durch Capellenzug statt, allein der Betrag desselben uf die ganze in der Legierung befindliche Silbermenge be- et zu gering, als dass er noch Beachtung verdiente.

Beim Abtreiben im Grossen wird zwar auch Silber durch lätte in die Herdmasse mitgezogen, allein durch Zutheilung erdes an die Schmelzarbeiten wird das darin enthaltene grösstentheils gewonnen, das Ausbringen ist somit grösser, nach der Probe, wobei der Capellenzug nicht in Rücksicht en wird, sein sollte. Es erwächst demnach der Hütte durch Capellenzug ein Remedium (pag. 159).

Obgleich die trockene Silberprobe nach Vorstehendem den gehalt um eine veränderliche Menge zu gering angibt, so rt sie doch einen so hohen Grad von Genauigkeit, wie eine andere Metallprobe auf trockenem Wege, indem sich

nach derselben, wie Malaguti's und Durochers Versuche unter Anderem erwiesen haben, die geringsten Silbermengen nachweisen lassen, die jeder Wägung und Messung entgehen ($^1/_{100}$ Milligramm). Je höher der Silbergehalt in Erzen, desto unsicherer wird die Probe.

Nasse Silberprobe.

Dieses Verfahren, worunter man gewöhnlich die Bestimmung des Silbers mittelst einer titrierten Kochsalzlösung nach Gay-Lussacs Anweisung versteht, lässt bei geringeren Silbergehalten grosse Irrthümer zu oder gibt gar keinen Silbergehalt an, gestattet aber eine genauere Ermittelung als der trockene Weg in silberreicheren Substanzen (Legierungen), welche sich leicht in Auflösung versetzen lassen. Es wird deshalb dieses Verfahren gewöhnlich nur behuf monetarischer Untersuchungen, in Münzen angewandt, zur genauen Ermittelung des Silbergehaltes in mit Kupfer legiertem Silber.

Wie bereits angeführt, beruht die Probe auf der Ausfällung des in Lösung gebrachten Silbers als Chlorsilber durch eine titrierte Kochsalzlösung. Da Chlorsilber in Kochsalzsolution etwas löslich ist (resp. 1 Theil in 60 Theilen), so werden geringe Silbermengen, z. B. $^1/_{2000}$, durch letztere gar nicht gefällt. Zwar löst sich bei silberreicheren Substanzen auch ein Theil Chlorsilber im Kochsalz, allein der dadurch entstehende Verlust wird verschwindend klein. Derselbe richtet sich wesentlich nach dem ganzen Volumen der Lösung und bei gleichem Volumen bleibt er bei verschiedenen Silberlösungen fast gleich, woraus hervorgeht dass der Gehalt um so genauer bestimmt wird, je mehr Silber im Probiergute enthalten ist.

Classification der Silberproben.

Die in Anwendung stehenden Silberproben lassen sich in folgende Abtheilungen bringen:

A. Proben auf trockenem Wege.

I. Erze und Hüttenproducte, welche keine Legierungen sind.

A. Ansiedeprobe für reichere und ärmere Substanzen. (Gediegen Silber, Antimonsilber Ag^6Sb und Ag^4S mit resp. 84 und 77 Procent Ag; Tellursilber Ag Te mit 61 Procent Ag; Silberglanz Ag S mit 87 Procent Ag; Sprödglaser

5 AgS, SbS^3 mit 70,4 Procent Ag; lichtes Rothgiltigerz 3 AgS, AsS^3 mit 65,4 Procent Ag; dunkles Rothgiltigerz 3 AgS, SbS^3 59 Procent Ag; lichtes und dunkles Silberfahlerz mit resp. 5,7 und 18—31,8 Procent Ag; Silberkupferglanz Cu^2S, AgS mit 53 Procent Ag; Polybasit 9 [Cu^2S, AgS] [SbS^3, AsS^3] mit 72 bis 94 Procent Ag; silberhaltige Blei-, Kupfer-, Zink-, Arsenerze, Leche, Speisen, Schlacken &c.)

B. Schmelzproben für bleireiche, silberärmere Erze, z. B. Oberharzer Bleiglanzschlieche.

C. Schmelzproben für silberarme kiesige Erze z. B. Schwefelkies, Magnetkies &c.

D. Schmelzproben für silberärmere erdige Substanzen (Fluthafter, Schlacken &c.).

II. Legierungen.

A. Silberärmere Legierungen (Gaarkupfer, Schwarzkupfer, Messing &c.).

B. Silberreichere Legierungen des Silbers, namentlich mit Kupfer (Münzproben, Feinproben).

B. Proben auf nassem Wege.

A. Titrierprobe von Gay-Lussac für silberreiche Legierungen des Silbers mit Kupfer (Münzproben).

B. Sonstige Proben auf nassem Wege.

Erstes Kapitel.

Silberproben auf trockenem Wege.

I. Proben für Erze und Hüttenproducte, welche keine Legierungen sind.

§. 61. Die Ansiedeprobe für silberärmere und reichere Erze.

Diese Probe zerfällt in 2 Perioden, nämlich erstens in das Einschmelzen des Probiergutes mit metallischem Blei, wobei das Perioden

Silber vom Blei aufgenommen wird, und das Verschlacken des überschüssigen Bleies und fremder Beimengungen, und zweitens in dem Abtreiben des silberhaltigen Bleies oder der Scheidung des Silbers vom Blei.

Beschickung. Ein Centner des Erzes &c. wird mit 8 Centner Kornblei (Probierblei, pag. 124) in der Art vermengt, dass etwa die Hälfte des Bleies mit dem Erze in einem Ansiedescherben (Taf. III. Fig. 63) vermengt und mit dem Rest Blei gleichmässig überdeckt wird. Je nach der Natur der Beimengungen sind noch Zuschläge erforderlich, und zwar je nachdem erstere metallischer (Zinkblende, Schwefelkies &c.) oder erdiger Natur sind. Die erdigen Substanzen zerfallen wieder in basische (Kalkspath, Braunspath, Schwerspath, Flussspath &c.) oder saure (Quarz, Silicate, Thonerde, Aluminate &c.). Silbererze, welche viel erdige Gangarten enthalten, nennt man wohl Dürrerze, und kommen gleichzeitig damit Schwefelungen vor, so bezeichnet man sie mit kiesig, blendig &c. Die Zuschläge bestehen hauptsächlich in Borax, Quarz oder Glas. Basische und sehr strengflüssige Erze verlangen den meisten Borax (bis 50 Procent), welcher die Basen aufnimmt und die gebildeten Verbindungen leichtflüssiger macht; saure Erze bedürfen nur eines geringen oder gar keines Boraxzusatzes, obgleich eine geringe Menge davon (etwa 10 Procent) als Fluss beförderndes Mittel nicht schadet. Man rührt den Borax mit dem Erze zugleich um, oder gibt ihn als Decke obenauf. Zu viel Borax wirkt nachtheilig, besonders bei schwefel- und arsenreichen Substanzen, weil alsdann vom Anfange an die Schlackendecke zu gross wird und sich nicht hinreichend Bleioxyd zur Zerlegung der Schwefelmetalle bilden kann. In Folge dessen bleiben silberhaltige Oxysulphurete in der Schlacke zurück. Bedarf man eines bedeutenden Boraxzusatzes, z. B. bei Gegenwart von viel Zinn, Zink, Kalkerde &c, so muss ein Theil davon nachgesetzt werden, ehe man zuletzt heiss thut, namentlich auch bei einem hohen Eisengehalte.

Bei Erzen, welche keine oder äusserst wenig Kieselerde frei oder gebunden enthalten, ist ein Zusatz von einigen Probierpfunden Glas oder Quarz anzurathen, da durch dieselben ein zu schnelles Durchfressen der sich bildenden Bleiglätte durch

den Ansiedescherben entgegengewirkt wird. Dieselben können entweder gleich oder später, wie der Boraxzusatz gegeben werden. Auch überzieht man den Scherben wohl mit einer dünnen Quarz- oder Glaslage. Bei guten Ansiedescherben ist ein solcher Zusatz überall nicht erforderlich.

Die Menge des Bleizusatzes richtet sich danach, ob die Erze wenig oder viel Substanzen, namentlich Schwefelungen, beigemengt enthalten, deren Bestandtheile durch Luft oder Glätte schwierig zersetzt werden. In vielen Fällen genügt das Verhältnis von 1 Centner Erz zu 8 Centner Blei; bei einem bedeutenden Gehalte an Zinkblende und Schwefelkies steigt man auf das 12—16fache, bei viel Kupfer- und Zinnverbindungen auf das 20—30fache, bei Nickel- und Kobaltverbindungen noch etwas höher, wofern man dieselben zuvor nicht mit 10 Theilen Glätte und 2 Theilen Salpeter schmilzt. Nickelspeise muss mit dem 16fachen Blei 2—3mal verschlackt werden. Im Allgemeinen ist auch um so mehr Blei anzuwenden, je mehr Kieselerde &c. vorhanden und je länger die Entschwefelung dauern muss. Ein zu grosser Bleizusatz verlängert die Operationen und erhöht in Folge dessen den Bleiverlust. Auf den Freiberger Hütten siedet man die Erze gewöhnlich mit dem 10—15fachen, auf den Harzer Hütten mit dem 8fachen Kornblei ein. Der Silbergehalt desselben wird, wenn er verschwindend gering ist, nicht in Anrechnung gebracht (Freiberg), oder man verschlackt und treibt dieselbe Menge Blei, welche zu der Probe verwandt wurde, ab und legt das erfolgende Silberkorn zu den Gewichten beim Auswägen des Probekorns (Harz). Das Freiberger Probierblei (pag. 123) enthält im Centner 0,09 bis 0,01 Pfundtheile, das Harzer $^1/_8$ Loth Silber im Centner. Von reichen Silbererzen, z. B. Rothgiltigerz, Antimonsilber [1]) &c. wiegt man gewöhnlich nur 25—50 Probierpfund mit dem 16- bis 32fachen Blei ein und gibt den erforderlichen Boraxzuschlag.

Die beschickten Ansiedescherben werden in die stark rothglühende Muffel gestellt und diese, um das Blei schnell in Fluss zu Verschlacken oder Ansieden.

[1]) Bonsdorf über das Abtreiben des Antimons vom Silber. Karst, Arch. 1. R. VI., 426.

zu bringen, mit vorgelegten abgeäthmeten Kohlen verschlossen. Sobald das Blei in dünnen Fluss gerathen ist, bemerkt man wie das Erz vermöge seines leichtern specifischen Gewichts sich auf die Oberfläche des Metallbades gehoben hat und hier verröstet. Die sich von der Probe erhebenden Dämpfe lassen durch ihr Ansehen oder ihren Geruch häufig mit Sicherheit auf die Natur der durch die Röstung sich entfernenden Körper schliessen. Schwefel erzeugt hellgraue, Zink dicke weisse, Arsen graulich weisse, Antimon bläuliche Dämpfe.

Das zu untersuchende Erz vor dem Ansieden einer besondern Röstung zu unterwerfen, ist nicht nur unnöthig, sondern sogar völlig zweckwidrig, weil bei einer besondern Röstung einem geringen Verluste durchaus nicht vollständig vorgebeugt werden kann.

Nach 15—20 Minuten pflegt die Oberfläche des Probiergutes mehr oder weniger glatt geworden zu sein, es hat sich flüssige Schlacke gebildet, welche das geschmolzene, röthlich weiss glühende Metall, von dem starke Bleidämpfe aufsteigen, an der Peripherie vollständig umgibt. Die Zeit, welche diese Schmelzung verlangt, ist nach Beschaffenheit der Proben verschieden; bei sehr strengflüssigen Proben können bis 30—35 Minuten erforderlich werden, gewöhnlich reicht die obige Zeit aus.

Die Muffel wird nun fast ganz geöffnet, die Züge geschlossen und durch den Zutritt der Luft eine Verschlackung des Bleies und anderer verschlackbarer Bestandtheile so lange veranlasst (etwa 10—15 Minuten), bis die Schlacken durch weitere Oxydation des Bleies sich so weit angehäuft haben, dass sie das Metall völlig oder fast ganz überdecken. Dann gibt man zuletzt noch einmal ein kurzes starkes Feuer (circa 5 Minuten), um die Schlacken recht dünnflüssig zu machen und mechanisch eingeschlossenes Blei abzuscheiden.

Im Allgemeinen ist es vortheilhaft, die Verschlackung möglichst weit zu treiben, weil erfahrungsmässig bei dieser Operation weniger Silber verloren geht, als bei dem darauf folgenden Abtreiben, wenn der Bleikönig grösser ist. Doch zerstört bei zu langer Dauer des Ansiedens das Bleioxyd leicht den Scherben.

e Verschlackung darf höchstens 1 Stunde dauern, meist ge-
igt ½ Stunde.

Die Proben werden jetzt aus dem Ofen genommen und Blei-
gierung und Schlacke in die Eingüsse des etwas abgewärmten
usgiessbleches (Probenblechs) ausgegossen, welche man vor-
er mit Röthel oder Kreide ausgestrichen hat, damit sich die
roben später leicht und vollständig, ohne anzuhaften, wieder
blösen lassen.

Wird bei kaltem Wetter das Giessblech nicht erwärmt,
o erhält man oft ein sprödes, schwer zu behämmerndes
Blei. Kupferne, mit Röthel ausgestrichene Giessbleche sind den
eisernen vorzuziehen, indem wegen der eintretenden raschen
Erstarrung der Proben in letzteren oft Bleitheilchen in die Schlacke
zurückgehen.

Zum Wegnehmen der Ansiedescherben aus dem Ofen und
dem Ausgiessen derselben bedient man sich am sichersten der
Gabelkluft (Taf. IV. Fig. 84). Es darf nicht das geringste Metall-
körnchen beim Ausgiessen im Scherben zurückgeblieben sein.
Proben mit steifer Schlacke haben entweder nicht eine gehörige
Menge Flussmittel (durch die Oxydation des Bleies entstandene
Glätte und Borax) oder zu wenig anhaltende Hitze gehabt. Man
läuft bei ihnen Gefahr, dass in der zähen Schlackenmasse kleine
Bleikörnchen zertheilt hängen bleiben, also der Silbergehalt zu
gering gefunden wird.

Die durch das Verschlacken gewonnene Bleilegierung muss
gut geschmeidig sein; zeigte sie sich spröde, so bewiese dieses,
dass die Röstung unvollkommen gewesen ist oder die Ver-
schlackung nicht lange genug angehalten hat oder zu wenig
Kornblei zu der Probe verwandt ist. Proben, von denen die
Bleilegierung beim Zusammenschlagen in Folge mechanisch einge-
schlossener Glätte oder Schlacke zerblättert, sind wenigstens
gegen das Ende der Operation nicht heiss genug gehalten.

Nach dem Erkalten wird der gewonnene silberhaltige Blei-
könig, der zu einem einzigen Regulus zusammen gegangen sein
und sich leicht von der Schlacke trennen lassen muss, auf dem
Ambosse so behämmert, dass er mit der Kluft (Taf. IV. Fig. 82
oder 83) leicht fest gefasst und auf die Capelle gesetzt wer-

kann, ohne diese durch vorstehende Kanten und Ecken zu beschädigen.

Statt die Proben nach beendigter Verschlackung in das Probenblech auszugiessen, kann man sie auch und zwar ohne Nachtheil für die Richtigkeit derselben einfach aus dem Ofen nehmen und im Ansiedescherben vor dem Aufschlagen und Ausschlacken ruhig erkalten lassen. Das Erkalten geht dann nur viel langsamer und raubt unnöthig etwas mehr Zeit.

Theorie.

Die chemischen Vorgänge beim Ansieden oder Verschlacken beruhen theils auf der bei ihm eintretenden Röstung des Erzes während des Einschmelzens, theils auf der Eigenschaft des sich bildenden Bleioxyds, mit allen Erden und Oxyden der unedlen Metalle eine Schlacke bilden zu können und sich so, ist es in genügender Menge vorhanden, als universales Flussmittel zu verhalten; ausserdem aber noch ganz wesentlich auf der Einwirkung, welche Bleiglätte auf Schwefelmetalle ausübt und die schon bei einer mässigen Rothgluth lebhaft beginnt.

Einwirkung der Glätte auf verschiedene Schwefelungen.

Am vollständigsten ist die gegenseitige Zersetzung der Glätte und Schwefelmetalle von Berthier untersucht[1]), der gefunden hat, dass wenn man bei Abschluss der atmosphärischen Luft Glätte in hinreichender Menge auf Schwefelmetalle wirken lässt, letztere gänzlich zersetzt werden. Meistens entwickelt sich aller Schwefel als schwefligsaures Gas und das Metall bleibt zurück, entweder legiert mit dem von der Reduction der Bleiglätte herrührenden Blei oder als Oxyd, verbunden mit dem nicht reducierten Theile der Bleiglätte. Die zur vollständigen Zersetzung eines Schwefelmetalles erforderliche Menge Glätte ist beträchtlich und nicht gleich für die verschiedenen Schwefelmetalle. Wenn man weniger als nöthig ist anwendet, so wird nur ein Theil des Schwefelmetalles zersetzt und eine entsprechende Menge des Bleioxydes reduciert; der Rest des Bleioxydes und des Schwefelmetalles bilden gemeinschaftlich mit dem Metalloxyde, welches sich etwa aus letzterem gebildet hat, eine Verbindung, welche zu den Oxysulphureten gehört und in der Regel sehr schmelzbar ist. Das Schwefelkupfer macht in letzterer Beziehung eine

[1]) Poggend. Annal. Bd. XV., p. 278.

ahme, da es mit Glätte zu keinem Oxysulphurete zusammen
ilzt. Gewöhnlich ist die Verbindung der Bleiglätte mit dem
efelmetalle sehr innig; durch einen grösseren Zusatz von
e werden aber diese Oxysulphurete vollständig zersetzt.
Oxyde verringern auch, indem sie sich mit dem Bleioxyde
nden, die zersetzende Wirkung desselben auf die Schwefel-
le beträchtlich [1]). Die Schwefelungen der Alkalien und
schen Erden entwickeln mit Glätte keine schweflige Säure,
ern aller Schwefel wird in Schwefelsäure umgeändert. In
g auf die übrigen häufiger vorkommenden Schwefelmetalle
ben die Versuche Folgendes. — Schwefelkupfer wird
Glätte unter Entwickelung von schwefliger Säure und gleich-
er Bildung von Kupferoxydul und metallischem Blei voll-
ig und leicht zersetzt, doch sind hierzu auf 1 Theil Schwefel-
r 20 Gewichtstheile Glätte erforderlich. Bleioxyd, welches
s mit einer beträchtlichen Menge Kupferoxydul verbunden
übt keine Wirkung mehr auf das Schwefelkupfer aus.
vefelquecksilber, Zinnober, verlangt etwa 10—12 Ge-
stheile Glätte zur vollständigen Zersetzung, bei der sich
silber metallisch verflüchtigt. Schwefelwismuth ver-
zur vollständigen Zersetzung 20 Gewichtstheile Glätte. Der
mte Wismuthgehalt legiert sich dabei mit Blei und geht
als Oxyd mit dem Bleioxyde in Verbindung. Schwefel-
bdän verlangt 40—50 Gewichtstheile Glätte, um gänzlich
zt zu werden. Es bildet sich dabei keine Legierung von
dän und Blei, sondern alles Molybdän wird oxydiert.
vefelmangan bedarf zur Entschwefelung 30 Gewichts-
Glätte. Das Mangan oxydiert sich nur zu Oxydul, tritt
gleichzeitig noch Luft hinzu, so oxydiert es sich höher. Ein-
-Schwefeleisen wird durch 30 Gewichtstheile Bleiglätte
tzt und das Eisen, vorausgesetzt dass keine Luft zutritt, in
ul verwandelt. Schwefelkies verlangt dagegen bis

---

[1]) Ausser den Metalloxyden behindert vorzugsweise mit dem Bleioxyde verbundene Kieselerde die zersetzende Einwirkung derselben. Kie erde in hinreichender Menge der Glätte zugesetzt, hebt sogar a wirkung derselben auf Bleiglanz auf.

circa 50 Gewichtstheile Glätte, soll er durch diese zersetzt werden. Kupferkies bedarf wenigstens 30 Gewichtstheile Glätte zur Zersetzung. Bei Schwefelzink, Blende, reichen zur Zersetzung und Verschlackung, wobei sich alles Zink oxydiert, 25 Gewichtstheile Bleiglätte aus. Schwefelzinn, Mussivgold, erfordert 25—30 Gewichtstheile Glätte; es bildet sich keine Legierung von Blei mit Zinn; letzteres oxydiert sich. Schwefelantimon verlangt wenigstens das 25fache Gewicht Bleiglätte und das Antimon geht als Oxyd in die Schlacke. Bei geringem Glättzusatze bilden sich sehr leicht Oxysulphurete. Schwefelarsen. Das Operment bildet mit dem Bleioxyde Verbindungen, die ungemein schmelzbar sind und die sich nur durch einen grossen Überschuss von Bleiglätte vollständig entschwefeln lassen. Auf 1 Theil braucht man wenigstens 50—60 Gewichtstheile Glätte. Das ausgeschiedene Blei enthält kein Arsen. Letzteres wird also durch die Glätte oxydiert. Schwefelblei. Bleiglanz und Bleiglätte wirken schon bei der Rothgluth so auf einander, dass sie sich gegenseitig zersetzen, ohne dass je ein Oxysulphuret dabei gebildet wird. Wendet man 2 Atome Bleiglätte (5578) auf 1 Atom Bleiglanz (2991) oder 1865 Bleiglätte auf 1000 Bleiglanz an, so bekommt man nur regulinisches Blei. Herrscht die Bleiglätte vor, so wird ein Theil derselben nicht reduciert und diese bedeckt dann das Blei. Ist dagegen Bleiglanz im Überschusse so bildet sich eine niedrige Schwefelung des Bleies, welche sich über dem metallisch ausgeschiedenen Bleie bei langsamen Erkalten absetzt [1]). Wenn aber die Bleiglätte mit einem gewissen Antheile irgend eines Oxyds oder Schwefelmetalls verbunden ist, so verliert sie ihre oxydierende Wirkung auf den Bleiglanz und dann kann sie sich mit diesem, wie mit anderen Schwefelmetallen verbinden, ohne dass eine gegenseitige Zersetzung eintritt. Ein neuer Zusatz von Glätte zersetzt jedoch auch diese

---

[1]) Die Angabe, dass 1795,7 schwefelsaures Bleioxyd ($\dot{Pb}\,\dddot{S}$) mit 1495 Schwefelblei (Pb S) zusammen geschmolzen 2589 Blei (2 Pb) und 802,34 schweflige Säure (2 $\ddot{S}$) geben, ist nicht bestätigt gefunden (Vergleiche auch Erdmanns Journ. für techn. und ökon. Chem. Bd. XI., p. 341.)

xysulphuret. Arsennickel bedarf einer bedeutenden Glätte-enge, um völlig zersetzt zu werden.

Es ist bereits angegeben, dass bei diesen Versuchen der uftzutritt abgehalten wurde. Sie wurden in einer Temperatur orgenommen, welche ein Muffelofen leicht erzeugt.

Beim Verschlacken beobachtet man nun, wenn das Probier-ut, wie dieses bei den meisten Erzen der Fall ist, Schwefel-etalle enthält, dass die Röstung des Erzes zwar beim Ein-chmelzen eintritt, dass aber die Zersetzung erst rascher vor-chreitet, wenn sich ein Theil des Kornbleies oxydiert hat und lso die Wirkung des Bleioxyds mit ins Spiel kömmt. Die erschlackung der in dem Erze enthaltenen Erden und Oxyde eginnt erst, nachdem sich eine grössere Menge Bleioxyd ge-ildet hat.

Je verwandter die fremden Metalle zum Sauerstoff sind, esto leichter häufen sie sich zu Anfang im oxydierten Zustande n und können ein Erfrieren der Probe veranlassen, z. B. isen, Zinn, Zink &c.

Die Entsilberung des Probiergutes findet dadurch statt, das as Blei beim Einschmelzen den Schwefelungen unter Bildung on Schwefelblei ihr Silber entzieht, hauptsächlich aber durch inwirkung der Glätte aufs Schwefelsilber. Die sich beim Aus-iessen der Ansiedeproben über der Schlacke öfters ausschei-enden weissen Parthieen sind entweder unzersetzter Quarz oder chwefelsaures Natron, welches sich aus dem Schwefel der Erze nd dem Natron des Borax bildet.

Man bedarf zum ganzen Processe des Verschlackens $^1/_2$—1 tunde und das Resultat einer richtig geleiteten Probe ist nun, lass sich das Probiergut durch die Röstung und die Einwirkung er Bleiglätte vollständig zersetzt hat, sich also auch kein Oxy-ulphuret, welches noch etwas Silber zurückhalten könnte, mehr n der Schlacke befindet, dass sich die vorhandenen Erden und Oxyde mit der Bleiglätte, unterstützt durch den Boraxzusatz, zu iner vollkommenen und leichtflüssigen Schlacke vereint haben nd dass sich das Silber, in welcher Verbindung es auch immer m Probiergute enthalten gewesen sein mag, mit dem zurückge-liebenen Blei legiert und vollständig in ihm angesammelt hat.

Träte bei der Verschlackung nicht zugleich eine Röstung ein, so würde man oft den Zusatzt von Kornblei bedeutend erhöhen müssen, um für die Zersetzung silberhaltiger Schwefelmetalle die Glättmengen zu gewinnen, welche nach den mitgetheilten Versuchsresultaten dazu erforderlich sind.

Durch die Natur der fremden Beimengungen erleidet das Ansieden verschiedene Modificationen, namentlich hinsichtlich der anzuwendenden Temperatur und der Zeitdauer in den einzelnen Perioden. In Freiberg wendet man folgende Beschickungen an:

Beispiele. Silberhaltiger Bleiglanz mit 60—80 Procent Blei wird mit 6 Centner Blei und 0—15 Procent Borax beschickt; bei einem Gehalte an kiesigen oder blendigen Mineralien steigt man mit dem Bleizusatz bis auf 11 Centner und mit dem Boraxzusatz auf 20—30 Procent.

Gewöhnliche Dürrerze, welche Silberglanz, Rothgiltigerz, Schwefelkies, Zinkblende, Spatheisenstein, Kalk &c. enthalten, bedürfen wegen des bedeutenden Schwefelgehaltes auf 1 Centner 12—15 Centner Kornblei und höchstens 15 Procent Borax; nöthigenfalls setzt man später noch davon nach. Man schmilzt rasch ein, lässt das Verschlacken lange dauern und gibt zuletzt noch eine starke Hitze. Basische Dürrerze erfordern 5 Centner Blei und 25—50 Procent Borax, den man theilweise nachgibt; saure Dürrerze 8 Centner Blei und 0—20 Procent Borax, kiesige Dürrerze 12—14 Centner Blei und 10—15 Procent Borax und mehr.

Kupferhaltige Erze müssen so viel Blei (das 10—20fache) als Zuschlag erhalten, dass in dem abzutreibenden Werkblei wenigstens 16—17mal mehr Blei als Kupfer vorhanden, indem letzteres beim Verschlacken nicht vollständig abgeschieden wird. Fahlerze siedet man z. B. mit 12 Centner Blei und 15 Procent Borax an.

Zinkische Erze erfordern 10—16 Centner Blei und 15—25 Procent Borax und verlangen besondere Aufmerksamkeit. Das Zink muss verflüchtigt und möglichst wenig Zinkoxyd gebildet werden, weil dasselbe sehr strengflüssige Schlacken gibt und schwer aufgelöst wird. Damit möglichst wenig Röstung stattfinde, schmilzt man bei hoher Temperatur ein. Wird die Schlacke zu

eif, so legt man eine ausgeglühte Kohle auf die Probe, wodurch ch das Zink reduciert und verbrennt, das Metallbad wieder lank wird und die eigentliche Glättebildung erst beginnt. Nach ierv ogel geben zinkische Erze, in gewöhnlicher Weise angeotten, stets einen schwankenden Silbergehalt. Man muss dieelben zuvor auf einen Lech schmelzen und diesen ansieden. — uch kann man mehrere Centner zinkische Erze mit Königswasser ehandeln und den Rückstand ansieden, z. B. reine Blende.

Arsenikalische Erze erfordern eine hohe Temperatur eim Ansieden, um eine vollständig geflossene Schlacke zu geben, s bildet sich leicht ein silberhaltiger Rand von erstarrten Schlacken. Man kann denselben zuweilen fortbringen, wenn man mit einer glühenden Kohle darin umherfährt oder Borax nachgibt. Bei armen arsenikalischen Erzen nimmt man auf 1 Theil bis 16 Theile Blei und 50 Procent und mehr Borax.

Silberreiche arsenikalische und antimonialische Erze lassen sich mittelst der Ansiedeprobe meist nur schwierig probieren und man wendet dafür oft besser das §. 62 oder das §. 63 sub 3 beschriebene Verfahren zur Andreasberger Hütte an.

Nickel- und kobalthaltige Silbererze, Speisen etc. werden bei hoher Temperatur mit dem bis 20fachen Blei beschickt und später Borax nachgegeben. Da die Scherben 20 Centner Blei nicht fassen, so nimmt man gewöhnlich 50 Pfund Probiergut.

Zinnhaltige Erze siedet man mehrere Mal mit viel (20—30 Theilen) Blei und Borax an, damit die Probe beim Abtreiben nicht erfriert und sich ausblühendes Zinkoxyd bildet.

Rohstein erfordert 10—12 Centner und bei einem Zinkgehalte noch mehr Blei, anfangs ohne Borax, später bei einem Zusatze bis 30 Procent.

Bleistein 9—20 Centner Blei, anfangs mit wenig, dann mit 12—25 Procent Borax; bei einem Nickel- und Kobaltgeh
man 11—14 Centner Blei.

Kupferstein mit 20—30 Procent Kupfer
Centner Blei.

Ofenbrüche wie zinkische Dürrerze

Bleispeise, Kobaltspeise; ½ Centner wird mit dem 10—20fachen Blei angesotten und je 2 Werke nochmals ver schlackt.

Rückstände von der Schwarzkupferamalgamation und der Silberextraction werden, meist ohne Borax, ½ Centner mit 8—1(Centner Blei behandelt. Amalgamierrückstände von Dürr erzen behandelt man wie Dürrerze, indem man 2 Proben, jede zu 1 Centner ansiedet, und die erfolgenden beiden Könige au einer Capelle abtreibt.

Erdige Substanzen (After, Abzüge, Schlacken &c.) werden in mehreren, bis 32 Proben, wie Dürrerze ange sotten, die erfolgenden Werkbleikönige bis auf einen König ge meinschaftlich verschlackt, und dieser abgetrieben; oder man siedet 2 Centner Probemehl, z. B. leichtflüssige Schlacken mi 8—12 Centner Kornblei an. Der Silbergehalt des letzteren muss stets abgezogen werden.

Herd wird mit dem 8fachen Blei und Borax nach Bedar angesotten.

Gekrätz, silber- und goldhaltige Abfälle werden ge pocht, calciniert, 1 Civilpfund getrocknet, der Nässegehalt bestimmt feingerieben und durch ein Sieb geschlagen, wobei die Silberkörner zurückbleiben. Das Gewicht von Silberkörnern und Gekrätz wird ermittelt und der Silbergehalt beider separat bestimmt, indem man letzteres, wie Dürrerz, mit 8—9 Centner Blei und einer ent sprechenden Menge Borax beschickt.

Von Antimonerzen siedet man 25 Pfund mit 400 Pfund Blei und bis 50 Pfund Borax an.

Von Antimonsilber siedet man nicht mehr als 25 Pfund mit dem 32fachen Blei (800 Pfund) und bis 75 Pfund Borax an. Je mehr Erz zu den Proben genommen wird, desto grösser Differenzen erfolgen.

Kommen nach den Freiberger Hütten gediegen Silber Glas- und Rothgiltigerz und andere silberreiche Erze, die nicht auf dem gewöhnlichen Wege zu probieren sind, zur Anliefe so werden die Erze ohne Voruntersuchung beim Abtreib gesetzt oder, wenn das Quantum nur einige Pfund betr Tiegeln oder auf Probierscherben aufgearbeitet. Nach den

erlangten Metallausbringen wird die Bezahlung ohne Weiteres echnet.

Markus [1]) untersuchte Lech von der Reichverbleiung mit lark 12 Loth Silber im Centner im ungerösteten und gerösteten tande mittelst der Ansiedeprobe und der Schmelzprobe mit tte (400 Pfd.), Salpeter (25 Pfd.), metallischem Eisen (20 Pfd.) l den gewöhnlichen Reductions- und Solvierungsmitteln. Der chste Silbergehalt wurde ausgebracht durch Ansieden des en Leches.

Nun folgt die zweite Operation bei der Silberprobe, das Abtreiben. treiben (Cupellieren) des durch die Verschlackung gewonnen Werkbleies. Dieses Abtreiben, welches darauf beruht, ss die geschmolzene rothglühende Legierung von Blei und Silber rch den atmosphärischen Sauerstoff so zerlegt wird, dass sich es Blei in Oxyd (Bleiglätte) verwandelt und das Silber metalch zurückbleibt, wenn man für Entfernung des geschmolzenen d mit fremden Oxyden verbundenen Bleioxyds sorgt, gehört den ältesten hüttenmännischen Operationen und gehört zugleich ter die vollkommensten Arbeiten, welche der Probierer kennt. dem Probierer nicht, wie dem Hüttenmanne, an einer gleichtigen Gewinnung des Silbers und des Bleioxyds liegt und er os ersteres im Auge behält, so bedient er sich beim Abtreiben r Capellen (Taf. III. Fig. 59). Die Capellen müssen in der öchsten Hitze der Muffel des Probierofens unmittelbar vor dem ufsetzen der Bleilegierung so anhaltend und vollständig abgeärmet (abgewärmt) sein, dass sie keine Spur Feuchtigkeit ehr zurückhalten. Wird dieses versäumt, so verursachen die rch das geschmolzene Blei hindurch entweichenden Wasserpfe unfehlbar ein Verspritzen. Die Capellen müssen aber ch deshalb noch vor dem Besetzen vollständig hellrothglühend worden sein, weil es erforderlich ist, dass das Werkblei schnell schmilzt und zum Treiben kommt. Bei zu langsamen Einmelzen können kleine Bleitheilchen Capellenrande ngen bleiben und so ihr Silberg rloren hen. Die Grösse der Capellen s ab-

[1]) Oesterr. Zeitschrift 1856, Nr. 14

zutreibenden Bleies im Verhältnisse stehen. Im Allgemeinen i
es besser, lieber etwas zu grosse als zu kleine Capellen zu neh
men. Man kann etwa rechnen, dass die Capellen das Doppelt
ihres Gewichts an Blei einsaugen können, doch ist dieses al
Maximum anzunehmen. Für den gewöhnlichen Gebrauch rechne
man nicht gern mehr, als auf gleiches Gewicht. Man darf ni
auf mehr Capellen gleichzeitig abtreiben, als die Muff
in ihrem mittlern Theile völlig gleichmässig erhitzen kann. Di
vordern Capellen werden zuerst besetzt und die folgenden gan
ohne Verzögerung. Der Ofen muss so heiss sein, dass er ent
weder gar nicht oder nur äusserst kurze Zeit wieder zugeleg
zu werden braucht, um alle Proben in's Treiben zu bringen
Sobald sie treiben, d. h. sobald auf der hellen Oberfläche de
geschmolzenen rothglühenden Legierung eine Bewegung wahrg
nommen werden kann, werden die Züge des Ofens geschlosse
und die Temperatur erniedrigt, indem man vor der Muffelmün
dung nur eine kleine Kohle liegen lässt. Man erkennt dann
und zwar um so deutlicher, je mehr sich die Legierung an
reichert, auf der convexen Oberfläche derselben kleine Punct
und Schuppen (Glätte), welche weniger Glanz haben, als di
übrige Oberfläche und sich nach dem Rande der Capelle hin
ziehen.

Die Bewegung der treibenden Masse von Innen nach Ausse
rührt wohl daher, dass die oberflächlich abgekühlten Parthiee
zu Boden gehen und den aufsteigenden wärmeren Platz mache
Bei der convexen Oberfläche des Metallbades fallen die Glätte
perlen dem Rande zu.

Es ist eine nie zu versäumende Regel, dass die Probe
möglichst kühl getrieben werden müssen, da vielfältige Er
fahrung zeigt, dass um so weniger Silber durch die Glätte m
in die Capelle geführt wird, in je geringerer Hitze die Glätte
erzeugt wird.

Ein eben so grosser Fehler, als zu grosse
ist es jedoch, die Temperatur so weit zu er
Blei aufhört zu treiben. Man nennt dieses
oder Ersaufen der Probe. Solche Pro

ere Hitze wohl wieder ins Treiben bringen, im Allgemeinen
r werden ihre Resultate dann doch unrichtig.

Ein Anhalten für die richtige Leitung der Temperatur gibt
aufsteigende Bleirauch und das Glühen der Capelle. Erhebt
ersterer bis etwa in die Mitte der Muffel langsam schlängelnd,
det sich am Rande der röthlichbraun glühenden Capelle ein
g von kleinen undeutlichen Bleioxydkrystallen (Federglätte),
ist die Temperatur richtig. Verschwindet der Bleirauch gleich
er den Capellen, glühen diese hellroth und entsteht keine
derglätte, so geht's zu heiss. Steigt der Bleirauch bis oben
s Muffelgewölbe und erscheint der Rand der Capellen dunkel-
aun, so geht's zu kalt und die Probe erfriert leicht. Um die
mperatur im Ofen vorn und hinten möglichst gleichmässig
halten, setzt man wohl in den hinteren Theil leere Scherben
mehrere Reihen über einander oder kühlt die hinteren Proben
ttelst eines Kühleisens (Taf. IV. Fig. 86) mehr als die vordern,
Krystalle der Federglätte sind nach Hausmann [1]) sehr
nne, elastisch biegsame, stark glänzende, halbdurchsichtige,
chsseitige Tafeln, welche in lockerer Zusammenhäufung zu-
eilen schöne Gruppierungen bilden.

Gegen das Ende des Treibens muss die Temperatur wieder
höht werden, weil das Metallkorn um so strengflüssiger wird,
mehr der Silbergehalt in ihm zunimmt und auch die letzten
theile nur bei etwas erhöhter Temperatur sich vollständig
Glätte abscheiden und von der Capelle vollständig eingeso-
n werden. Man darf aber die Hitze nicht zu früh steigern
sie nur nach und nach wieder erhöhen, jedoch nie so
k, dass der Rand von Federglätte wieder zum Flusse
mt. Das

„Kühle getrieben und heisser Blick
Ist der Probierkunst Meisterstück"

sehr alt und enthält eine für das Abtreiben sehr wichtige
hrheit.

reicher das z ist und um so grösser
das Silb hr hat man sich nach

hten ı nigl. Gesellschaft der
enschaften 10.

dem Abblicken der Proben, d. h. nachdem die letzten net- förmigen Glättereste von der Metalloberfläche und das Regen- bogenfarbenspiel verschwunden sind, vor einem zu schnelle Erkalten und Erstarren des Silberkorns zu hüten, weil e- schnelles Abkühlen ein tumultuarisches Ausblumen des Silber das sogenannte Spratzen hervorruft. Dieses Spratzen ist zwa stets ein Beweis von der Brandfeine des Silbers, aber es gi auch leicht zu einem, wenn auch häufig nur geringen Silberver luste Veranlassung.

Die Entstehung des Farbenspiels beim Blicken dürf wohl darin ihren Grund haben, dass der sich immer von Neue bildende höchst dünne Überzug von Bleioxyd auf der Leg rung das Licht durchlässt, welches dann mit einer gewisse Farbe von der Oberfläche desselben zurückgeworfen wird. D Art der Farbe ist von der Stärke des Überzugs abhängig, un indem derselbe bei der convexen Oberfläche des geschmolzene Metalles nach dem Rande zu allmählig stärker wird, treten au verschiedene Farben in einer gewissen Reihenfolge hervor. Die wiederholt sich so lange als das am Rande eingesogene Bleioxy auf der Oberfläche wieder ergänzt wird, was mit dem Feinwerde des Silbers aufhört.

Nach Levol [1]) rührt das Blicken davon her, dass der vo geschmolzenen Silber absorbierte Sauerstoff an das von d Capelle aufgenommene Kupferoxydul tritt und dieses in Oxy verwandelt, wodurch ein Lichtschein hervorgebracht wird (? Bei nicht kupferhaltigem Silber tritt der Sauerstoff beim Erkalte aus und bewirkt das Spratzen. Dass letztere Erscheinung d Folge eines heftigen Entweichens von absorbiertem Sauerstoff i haben die Versuche von Lucas [2]) und Rose [3]) evident e erwiesen.

Ein Goldgehalt verhindert nach Levol das Spratzen nich wenn er nicht zu bedeutend ist, wohl aber ein Blei- un

---

[1]) Dingl. polyt. Journ. XCVIII., 285.

[2]) Erdm. Journ. f. ökon. u. te

[3]) Erdm. Journ. f. pr. Ch

upfergehalt, indem die in die Capelle gehenden niedrigeren ydationsstufen dieser Metalle sich auf Kosten des absorbierten auerstoffs höher oxydieren.

Kann man das Blicken des Kornes wegen der Tiefe der pellen nicht beobachten, so dient zum Kennzeichen des Gelicktbabens das Verschwinden der Bleidämpfe. Mittelst eines akens kann man auch die Capellen etwas kippen und dann den tand des Processes beurtheilen.

Das Silberkorn muss auf der Oberfläche vollkommen glänend sein, halbkugelförmig bis rund und silberweis erscheinen, ch mit der Kornzange leicht von der Capelle ablösen lassen, ch auch da, wo es auf dieser aufsass, nach dem Abbürsten ein zeigen und eine reine silberweise Farbe besitzen, obgleich iese hier ohne Glanz ist. Körner, welche durch Risse oder leine Vertiefungen in der Capelle entstandene Wurzeln haben, ind als unrichtig zu verwerfen, da solche Wurzeln stets bleihaltig bleiben (einen Bleisack haben). Für das Abwiegen der ilberkörner ist zu bemerken, dass man stets, wenn man nicht ehr silberarmes Blei für die Proben verwenden kann, gleichzeitig mit der Probe 8 Centner (oder so viel man zur Probe verwandt) Probierblei besonders zu verschlacken und abzutreiben hat. Das durch erhaltene kleine Silberkorn ist als Gehalt des Bleizuatzes (der Bleischweren) beim Abwiegen zu den Gewichtücken zu legen und so in Abzug zu bringen.

Das bei der Silberprobe gewonnene Silberkorn ist nie chesch rein, sondern nur brandfein. Die Verunreinigung durch mde Körper ist aber so unbedeutend, dass bei der Erzprobe f sie nicht weiter Rücksicht genommen wird. Diese Verunnigungen, welche nach der Beschaffenheit der Nebenbestandeile des Probierguts verschieden sein können, compensieren in was, jedoch nicht gänzlich, den Verlust durch Capellenzug ag. 284).

Es wird über das Abtreiben später bei den Silberlegierun- die Rede sein.

denen Bergwerksdistricten finden besondere zu welcher Genauigkeit der Silbergehalt

In Sachsen gibt man den Silbergehalt an

bei 5—25 Pfundtheilen im Ctnr. von 0,5 zu 0,5 Pfdthln.
„ 25—200 „ „ „ „ 1 „ 1 „
„ 200 und mehr „ „ „ „ 2 „ 2 „

Je nach dem grösseren oder geringeren Silbergehalte werde die Proben einfach oder mehrfach angestellt und zwar vo schriftsmässig

bei 1—40 Pfundtheilen Silber im Centner 2fach.
„ 40—80 „ „ „ „ 3- „
„ 60—150 „ „ „ „ 4- „
„ 150—300 „ „ „ „ 6- „
„ 300—10,000 „ „ „ „ 8- „

Bei den mehrfachen Proben wird jede bis ½ Pfundth ausgewogen und dann der Mittelwerth berechnet [1]).

Differieren die von den beiden Probierern angegebenen G halte um 1 Pfundtheil und darüber, so wird durch den Schied wardein eine Schiedsprobe vorgenommen, welche bei auffällig Differenz nochmals wiederholt werden kann, das dann gefunde Resultat aber als richtig angenommen wird.

Auf den Oberharzer Werken werden die Bleiglanzschliech zunächst auf Blei probiert (pag. 169) und der Bleikönig, we er bis 3¾ Loth Silber enthält, sofort abgetrieben, indem m bei letzterer Operation den antimon-, arsen- und kupferhaltig Königen 25—50 Pfund Kornblei zusetzt. Beträgt der Silberg halt über 3¾ Loth im Centner, so wird die Probe mit 8 Centn Kornblei angesotten. Das Auswägen der Silberkörner geschie bis auf ¼ Loth und es müssen sich die von den 3 ve schiedenen Probierern angegebenen Gehalte bis auf ¼ Lo nähern, ehe aus ihnen eine Schiedsprobe gegeben wird. N bei den antimon-, arsen- uud kupferhaltigen Andreasberg Schliechen ist nachgelassen, dass bei einem Silbergehalte ve

1—5 Loth im Centner eine Differenz von ½ Loth
5¼—10 „ „ „ „ „ „ ¾ „
10¼ und darüber „ „ „ 1
passiert. Reichere Erze (sogenannte

[1]) Jahrbuch für den Berg- v

obiert. Gibt eine Probe nach 3maliger Untersuchung abseiten r 3 Probierer noch eine unerlaubte Differenz, so wird durch nen Schiedsprobierer und die 3 anderen Probierer die Probe eneraluntersuchungsprobe) in Gegenwart einer Commission iederholt und aus den erhaltenen Resultaten die Schiedsprobe bildet.

§. 62. Schmelzprobe für bleiische silberärmere Erze.

Verfahren.

Die Untersuchung bleihaltiger Silbererze und Hüttenpro- ucte auf Silber kann unter gewissen Umständen völlig sicher uf die Art geschehen, dass mittelst der Bleiprobe zunächst der leigehalt des Erzes oder Hüttenproducts gesucht und aus dem rhaltenen Bleikönige durch Cupellation der Silbergehalt bestimmt wird. Wenn dieses mit völliger Sicherheit geschehen soll, so darf der Silbergehalt nur einige (bis 4) Lothe betragen und muss der Bleigehalt 30 Procent oder darüber sein und das Probiergut ausser gemengten erdigen Körpern nur wenig an fremden Metallen enthalten. Je mehr in solchen Silber und Blei haltenden Körpern der Gehalt an Blende, Schwefeleisen, an Kupfer-, Arsen-, Antimon-, Nickel- oder Kobaltverbindungen steigt, um so weniger kann dieses Verfahren zur Bestimmung des Silbergehalts mit Sicherheit angewandt werden; eben so wenig ist es, ganz einzelne Fälle etwa ausgenommen, zuverlässig, wenn der Bleigehalt noch mehr heruntergeht oder der Silbergehalt bedeutend wird. Eine am Hannoverschen Harze für die Probirung der gewöhnlichen Bleischlieche gültige Verordnung bestimmt, dass der Silbergehalt durch die Ansiedeprobe und nicht mehr aus dem bei der Bleiprobe erhaltenen Werkblei gefunden werden soll, wenn er $3\frac{3}{4}$ Loth im Centner Erz übersteigt. Bei einzelnen sonst reinen Schliechen kann der Silbergehalt noch etwas mehr betragen, ehe sich im Resultate der e und der durch das Ansieden gefundenen nz zeigt, vorausgesetzt, dass der Bleige- r beträgt. Bei allen strengflüssigen ern fremden Metallverbindungen

Hier ist ebenfalls ein Zuschlag von circa 25 Pfund Boraxglas zu empfehlen. Durch den Zusatz eines alkalischen Flussmittels wird eine geringere Menge Glätte erforderlich und man pflegt dann mit dem Zusatze der letzteren nicht über 8 Centner zu 1 Centner Erz zu steigen; bei einem Zusatz von Salpeter genügen 4 Theile Glätte. Enthält das Probiergut Blei, so gibt man zweckmässig einen Zuschlag von metallischem Eisen. Eine passende Beschickung für einen bleihaltigen Lech ist z. B. 100 Pfund roher Lech, 400 Pfund Glätte, 25 Pfund Salpeter, 20 Pfund metallisches Eisen und eine entsprechende Menge Fluss- und Solvierungsmittel.

Stets ist es vortheilhaft das mit den Zuschlägen bereits genau vermengte Probiergut mit einer Lage Kochsalz im Tiegel zu überdecken.

Man kann auch zur vollständigen Ansammlung des Silbers 1 Centner des Probierguts mit 4—8 Centnern Glätte und 25 Pfd. Borax oder mit 4 Centnern Glätte und 2—4 Centnern Pottasche schmelzen und nach dem Flüssigwerden der Masse 4 Centner Blei nachtragen, entweder in Form eines runden Bleches oder als Kornblei, indem man solches über die ganze Oberfläche möglichst gleichförmig vertheilt.

Statt eines Zusatzes von Kohle oder schwarzem Fluss die Schmelzung in Kohlentiegeln vorzunehmen, wie einige Probierer vorgeschlagen haben, ist weniger zweckmässig, weil man dann die Grösse der sich bildenden Bleimenge weniger in der Gewalt hat, und leicht die Einwirkung der Glätte auf die Schwefelung beeinträchtigt wird.

Da bei allen diesen Proben durch die Entweichung der sich erzeugenden Gase ein Aufblähen der schmelzenden Masse eintritt, so müssen die gewählten Tiegel geräumig genug sein.

Nickel- und kobaltreiches Probiergut schmilzt Berthier mit 10 Theilen Glätte und 2 Theilen Salpeter bei starker Hitze und bedeckt das geschmolzene Bad mit 1—2 Theilen Walzblei, um in dem dann erfolgenden gut abtreibbaren Könige alles Silber zu gewinnen.

Die Anwendung des Erzes &c. im gerösteten Zustande ergibt wegen des beim Rösten stattfindenden Verlustes einen geringeren Silbergehalt, als rohes Erz. Nach Malaguti's und

leikönige dividiert. Sehr unreine Bleikörner (z. B. von Abzug, bstrich) müssen vor dem Abtreiben verschlackt werden, und war entweder für sich, oder mit dem 4—8fachen Kornblei.

Enthält ein auf Silber zu untersuchendes Erz &c. merkbare engen metallischen Quecksilbers, so ist bei der Untersuchung esselben zu beachten, was später bei Quecksilber enthaltenden egierungen angegeben ist.

. 63. Schmelzprobe für silberarme kiesige Erze und Producte.

Auf das Verhalten der Glätte (pag. 292) zu den Schwefel- Theorie.
etallen, Erden und Oxyden gründet sich diese Probiermethode, ei welcher man das ungeröstete oder theilweise geröstete Erz ntweder mit Glätte allein oder mit Glätte und noch einem lussmittel in einem Thontiegel schmilzt. In beiden Fällen, be-nders in letzterem, wird dann wohl auch etwas Kohle, chwarzer Fluss oder Mehl zugesetzt. Die Schmelzung kann nter der Muffel oder im Tiegelofen geschehen; sie verlangt was weniger Zeit, als häufig zur Verschlackungsprobe er-rderlich ist.

1. Ein Schmelzen des Probiergutes mit Glätte llein ist nur dann zulässig, wenn man eine bedeutende Menge on letzterer anwendet, in Folge dessen aber eine grosse Blei-enge fürs Abtreiben entsteht. Durch einen Salpeterzuschlag, er oxydierend auf die Schwefelungen wirkt, lässt sich die Menge es Bleies regulieren. Ein Zuschlag von 25 Probierpfund Borax-as auf 1 Centner Erz ist nie nachtheilig und häufig zur eförderung einer guten Schmelzung erforderlich. Aus dem rüheren (pag. 293) erhellet, dass in den meisten Fällen auf Centner Erz 20—30 Theile Glätte genügend sind; oft reichen bei ichlichem Boraxzusatze 8—12 Theile Glätte völlig aus.

2. Wird durch ein blosses Schmelzen mit Glätte eine zu eine Bleimenge ausgeschieden, so kann man etwas (2—6 Pfund) ohlenstaub oder Mehl zusetzen, oder man versetzt die Glätte it einigen Centnern schwarzen Flusses. Auch kann man Glätte, ttasche und Kohlenstaub oder Mehl zusammen anwenden.

von Salpeter, silberarmem Bleioxyd und kohlensaurem Natron angewandt. Das silberarme Bleioxyd wurde mittelst Bleizucker (pag. 125) dargestellt und durch Calcination von doppelt kohlensaurem Natron ein Salz erhalten, welches wegen seines geringeren Silbergehaltes der calcinierten Soda vorgezogen wurde. Es gaben bei ihrer Zerlegung Zinkblende 7—9, Schwefelkies 9—13, Kupferkies und Buntkupfererz 8—10, arsenhaltiger Kupferglanz 6,6, gediegen Antimon 2,8, Grauspiessglanz 8—9, Arsenkies 6—9, Arsenverbindungen des Kobalts und Nickels 5—7, Fahlerz 6—10, Pechblende 0,3 und Hohofengalmei 0,8 Theile Blei durch Reduction von Glätte. Erfahrungsmässig oxydiert 1 Theil Salpeter 4—5 Theile Blei. Eine passende Schmelzbeschickung besteht aus 10 Gramm Erz, 20 Gramm Salpeter, 20 Gramm Glätte und 30 Gramm kohlensaurem Natron, bei einer Kochsalzdecke.

Pettenkofer [1]) erhielt bei zweckmässiger Ausführung der Tiegelprobe auch bei reicheren Silbererzen ebensoviel Silber als bei der Ansiedeprobe. Derselbe mengt bei einem Silbergehalte bis 6 Loth im Centner 1 Centner Probiergut mit 3 Theilen geglühtem Bleizucker (pag. 126) und 2 Theilen Pottasche, bei mehr als 6 Loth auf ½ Centner Probiergut 3 Centner Bleizucker, 2 Centner Pottasche (oder statt dessen 1 Centner Soda und 1 Centner Pottasche) und 25 Pfund entwässertes Glaubersalz. Ein Sodazusatz macht die Beschickung leichtflüssiger und eine Beimengung von Glaubersalz erweist sich dadurch günstig, dass dessen Sauerstoffgehalt den überschüssigen Kohlenstoff verzehrt, das gebildete Schwefelnatrium die Schlacke dünnflüssig macht und die entsilberten Schwefelungen aufnimmt. Man erhitzt die mit Kochsalz bedeckte Probe in einer bedeckten Tute anfangs 12—15 Min. gelinde, bis sich keine Reaction in der fliessenden Masse mehr zeigt, dann gibt man 15—20 Minuten eine schwache Weissgluth, nimmt den Tiegel heraus, stösst ihn zur bessern Ansammlung der Körner gegen den Boden und entschlackt das abzutreibende Bleikorn nach dem Erkalten.

---

[1]) Bergwerksfreund XI, 49. — Dingl. c. 459.

§. 64. Schmelzproben für silberarme erdige Substanzen (Schlacken, Fluthafter &c.).

Für derartige Substanzen sind nachstehende Probiermethoden gebräuchlich:

1. Das silberarme Probiergut [2 Centner] (Fluthabgänge von der mechanischen Aufbereitung der Erze, arme Schlacken und ähnliche Körper) wird mit dem 3—4fachen seines Gewichts schwarzen Fluss oder eben so viel eines diesem gleich wirkenden Gemenges von Pottasche mit etwas Kohlenstaub oder Mehl (man nimmt circa 10—12 Procent des Probierguts davon) genau vermengt und in einen Thontiegel (Taf. III. Fig. 66 b.) gefüllt. Hierauf wird die Oberfläche des Gemenges geebnet und mit einer dem Gewichte des Probierguts gleichen Menge reinen Kornbleies gleichförmig überstreut; man überdeckt das Ganze jetzt noch mit einer starken Lage abgeknisterten Kochsalzes und schmilzt es bei nach und nach steigender Hitze im Muffelofen (1—2 Stunden) oder (und dann bei aufgelegtem Deckel) im Tiegelofen. Je nach der Strengflüssigkeit des Probierguts muss diese Hitze mehr oder wenig hoch und anhaltend sein. Ist die Substanz sehr strengflüssig, so mengt man ihr bei der Beschickung noch 50—100 Procent Borax zu. Die Tiegel dürfen nicht mehr als bis zu $^2/_3$ angefüllt werden, da die Masse im Anfange der Schmelzung aufsteigt. In Freiberg nimmt man auf 1 Centner Schlacken &c. 3 Centner schwarzen Fluss und 5—8 Centner Probierblei und gibt ein 3stündiges Windofenfeuer. Oberharzer Verfahren.

Je nach der Geräumigkeit der Tiegel kann man 1—4 Probircentner (gewöhnlich 2 Centner) des Probierguts zu einer Probe verwenden. Es werden auf die angegebene Art 8 und mehr Tiegel gleichförmig mit demselben Probiergut beschickt.

Nach dem Erkalten werden die Tiegel aufgeschlagen und die gewonnenen silberhaltigen Bleikönige von der Schlacke getrennt, welche nothwendig bei der Schmelzung in dünnem Flusse gewesen sein muss, wenn sie kein Silber zurückhalten soll. Die von je 8, 16 &c. Centnern des Probierguts gewonnenen Bleikörner werden gemeinschaftlich und ohne weiteren Zusatz von Kornblei verschlackt und dann auf einer Capelle abgetrieben. Enthält

das Kornblei auch nur wenig Silber, so müssen doch gleichzeitig 8, 16 &c. Centner desselben verschlackt und abgetrieben werden, um dessen Silbergehalt in Abzug bringen zu können. Das durch das Abtreiben gewonnene Silberkorn gibt nun den Gehalt von 8, 16 &c. Centnern des Probierguts an. Es sei z. B. (nach Abzug des Silbergehalts des Kornbleis) $^1/_4$ Loth schwer gefunden, so enthält die untersuchte Substanz bei Anwendung von 16 Ctnr. Probiergut im Centner $^1/_{64}$ Loth Silber.

Eine Abänderung dieser Methode besteht darin, dass man, statt der Überdeckung mit Kornblei, bei der Beschickung das gleiche oder doppelte Gewicht des Probierguts reine Bleiglätte mit einmengt und übrigens wie angegeben verfährt. Es müssen dann auch 8—10 Centner Glätte, ist diese nicht völlig silberfrei, durch eine Probe auf Blei (siehe diese) reduciert, verschlackt und abgetrieben werden. Diese Abänderung der Methode ist dann besonders anzurathen, wenn das silberarme Probiergut als Nebenbestandtheil nicht grösstentheils erdige Beimengungen, sondern Schwefelungen enthält.

Diese beiden Methoden empfehlen sich besonders deshalb, weil der Silbergehalt des Probierguts in einer verhältnismässig geringen Bleimenge angesammelt wird und man deshalb beim Abtreiben verhältnismässig nur wenig Silber durch den Capellenzug verliert.

Probe für bleiische Producte.

2. Auf einigen Silberhütten ist es zur Ermittelung des Silbergehalts bleiischer Schlacken, bleiarmer Steine &c. gebräuchlich, 2 Centner des Probierguts mit Pottasche und etwas Kohlenstaub (oder statt beider schwarzen Fluss), auch wohl mit einem Zuschlage von Borax, unter einer Kochsalzdecke auf die Art zu schmelzen, wie sie bei den Bleiproben erörtert ist. Die aus 4 solchen Proben (also aus 8 Centnern Probiergut) gewonnenen Bleikörner werden dann gemeinschaftlich auf einer Capelle abgetrieben. Dieses Verfahren haben die Hütten (z. B. die Oberharzer) wohl als gewöhnliche Controlprobe für den täglichen Betrieb deshalb gewählt, weil es zugleich gestattet, den Bleigehalt mehr oder weniger annähernd richtig zu bestimmen. Es ist jedoch zu bemerken, dass, wo es auf möglichste Genauig-

in Bestimmung des Silbergehalts ankömmt, die obigen
den im Allgemeinen vorzuziehen sind.

3. Eine andere Methode besteht darin, die silberarme Sub- Ansiedeprobe.
mit Kornblei auf die gewöhnliche Art 10—30fach anzu-
n (pag. 288), dann aber mehrere durch das Verschlacken
nnene Bleikönige gemeinschaftlich abzutreiben. Wird die
uantität für eine Capelle zu gross, so werden mehrere Blei-
e erst vorher nochmals gemeinschaftlich verschlackt. Der
rgehalt des Kornbleies muss, selbst wenn er sehr gering ist,
mmt und abgezogen werden.

4. Für einzelne Fälle ist zur möglichst genauen Ermittelung Nasser Weg.
geringen Silbergehalts aus einem nicht sehr bleihal-
n und sehr mit (namentlich Schwefel-) Verbin-
gen fremder Metalle (besonders Eisen, Zink,
, Nickel, Kobalt, Kupfer &c.) überladenem Pro-
gute ein Verfahren auf theilweise nassem Wege anzu-
n, besonders wenn zugleich der Kupfergehalt auf diesem
mit ermittelt werden soll. Es ist bei der nassen doki-
schen Probe auf Kupfer (pag. 217) näher erörtert und be-
darin, das Probiergut mit Königswasser zu zersetzen. Der
hende unlösliche Rückstand enthält das Silber als Chlor-
und wird auf einem Filter vollständig gesammelt und ge-
net, darauf das Filter nebst Inhalt in einem Ansiedescherben
kleinen Thontiegel gelegt und mit Kornblei bedeckt. Man
diesen bei anfänglich sehr gelinder Hitze unter die Muffel,
das Filter erst ruhig verkohlt, verstärkt diese darauf, so
das Blei verschmilzt und etwas verschlackt. Die gewonnene
rung wird darauf abgetrieben und, mit Beachtung des et-
en Silbergehalts des Kornbleies, verwogen.

5. Für die Untersuchung der armen Schlacken kann Concentra-
auch folgende Methode mitunter mit Vortheil benutzen: tionsschmel-
Man schmilzt sie im Thontiegel mit 50—100 Procent silber- zen.
goldleerem Schwefelkies, einigen Procenten Koh
honium und gleichem bis 3fachem Gewicht
er Rothgluth. Die Schlacke muss hierbei
nen, damit aller Rohstein (Lech) zu einen
en kann. Dieser Rohstein enthält nun d

gehalt und wird dieser durch eine weitere Behandlung, d. h. Verschlacken des Rohsteins mit Kornblei &c., ermittelt.

II. Proben für silberhaltige Legierungen.

§. 65. Metall-Legierungen, in denen Blei oder Wismuth den Hauptbestandtheil ausmachen.

Verfahren. Derartige Legierungen können, wenn sie reicher an Silber sind, sogleich auf der Capelle abgetrieben werden (z. B. Freiberger und Oberharzer Werkblei und Frischblei in Quantitäten von 4 Centnern). Ärmere Legierungen werden vor dem Abtreiben in Quantitäten von 8—16 Probiercentnern und mehr auf einem Ansiedescherben verschlackt und die Könige bis zu einem concentriert, z. B. vom Oberharzer Frischblei mit 1/8 Loth Silber 8 Centner, vom Freiberger Probierblei (pag. 123) 1 Pfund Civilgewicht = 50 Gramm = etwa 14 Probiercentner. Ein solches Ansieden muss auch geschehen, wenn in dem silberhaltigen Blei merkbare Mengen fremder Substanzen (Steintheilchen, Speise, Kupfer, Antimon &c.) eingemengt sind, wobei man zuweilen einen Bleizusatz geben muss. So verschmilzt man z. B. auf der Communion-Unterharzer Hütten den Abzug auf Blei und verschlackt den erfolgenden König mit 8 Centner Kornblei, desgleichen den Bleikönig von Glätte, Herd und Abstrich mit 4 Centner Kornblei.

§. 66. Silberhaltiges Zinn.

Verfahren. Dasselbe wird am besten zunächst im Ansiedescherben unter der Muffel für sich oxydiert und dann erst 25 Pfd. Oxyd mit 16 Theilen Kornblei und 4 Theilen Boraxglas beschickt, verschlackt und abgetrieben. Man kann auch, um die Oxydation des Zinns zu befördern, es mit dem doppelten seines Gewichts Blei zusammenschmelzen und dann erst nach beendigter Oxydation Kornblei und Borax zusetzen. Die Oxydation wird sehr beschleunigt, wenn man die sich bildende Haut mit dem Löffel fortwährend an den Rand des Scherbens abzieht.

Silberhaltiges Zink wird ähnlich probiert.

7. Silberhaltiges Eisen, Roheisen und Stahl.

assen sich noch Feilspähne abnehmen, so kann man solche Verfahren.
was Kochsalz versetzt unter der Muffel im Scherben oxy-
. Dann erst setzt man zum Verschlacken auf 1 Theil
8—12 Theile Kornblei, 2—3 Theile Borax und 1 Theil
ulver zu und verfährt wie gewöhnlich. Kann man keine
ähne oder kleine Stückchen mehr gewinnen, so oxydiert
eine abgewogene Menge in Porcellan oder Glas mit ordi-
Salpetersäure, trocknet das gewonnene Oxyd im Gefässe
aus und beschickt es dann wie oben zur Verschlackung,
ıber anfänglich beim Ansieden selbst sehr geringe Hitze,
inen mechanischen Verlust durch etwa noch entweichende
'e zu haben. Auch kann man 1 Centner Eisenfeile &c. mit
ntner Schwefel oder 1 Centner Schwefelkies in einer be-
n Bleitute unter der Muffel glühen und dann die Muffel
em 12—15fachen Kornblei und bis 15 Procent Borax an-

s empfiehlt sich auch, 50 Pfd. gehörig zerkleinte Substanz
m 8—10fachen Blei stark zu erhitzen, dann in einem Stein-
mehrmals Schwefel nachzusetzen und das gebildete
feleisen mit Blei anzusieden. Bei sehr heissem Ofen und
zu viel Eisen kann man letzteres auch ohne Schwefel mit
verschlacken, was jedoch länger dauert.

. Metall-Legierungen, welche Quecksilber enthalten (natürliche Amalgame, Producte der Amalgamation &c.).

ie werden wie gewöhnlich verschlackt und abgetrieben, Verfahren.
uss wegen Verflüchtigung des Quecksilbers die besondere
ht gebraucht werden, dass man die beschickten Proben in
och kalten oder fast kalten Muffelofen einsetzt und diesen
lie Proben erst nach 1—1½ Stunden
die Proben in die heisse Muffel
des Quecksilbers, besonders
vorhanden ist, so schnell,

dass es zum Kochen kömmt und dadurch unfehlbar Theile der Probe aus dem Scherben geschleudert werden. Von Amalgam wird 1 Centner auf einem Uhrglase eingewogen, dann auf einer gut abgeäthmeten Capelle in die fast kalte Muffel gebracht und etwa 1½ Stunden die Hitze allmählig gesteigert. Nachdem alles Quecksilber verraucht ist, gibt man Glühhitze und treibt die Probe mit dem 6—7fachen Blei ab. Metallisches Quecksilber, welches nur sehr wenig Silber enthält, kann man in einer gläsernen Retorte zuvor einer vorsichtig geführten Destillation unterwerfen und dann alle Glastheile, an denen der silberhaltende Rückstand haftet, auf gewöhnliche Art im Ansiedescherben behandeln. Man nimmt dann von dem Quecksilber eine etwas grössere Quantität zur Destillation.

§. 69. Legierungen von Silber und Kupfer.

Allgemeines. Es ist eine alt hergebrachte Gewohnheit, Kupfer, es sei dieses nun rein oder noch mit mehreren Procenten fremder Körper verbunden (Schwarzkupfer), welches in der Mark unter 1 Loth Silber, d. h. im Centner nicht über 10—12 Mark Silber enthält, silberhaltiges oder silberreiches Kupfer zu nennen. Steigt der Silbergehalt höher und ist das Kupfer rein, so spricht man von kupferigem Silber oder legiertem und beschicktem Silber. Das Verfahren zu ihrer Untersuchung ist etwas abweichend.

1. Silberhaltiges Kupfer.

Probierverfahren. Hierzu rechnet man auch Gaarkupfer, Schwarzkupfer, Messing, Tomback, Bronce, Kanonenmetall, Argentan &c. (Auch Nickel würde ähnlich zu behandeln sein.) Enthält das Probiergut ausser Silber und Kupfer nur geringe Mengen fremder Bestandtheile, ist es z. B. Gaarkupfer, gutes reines Schwarzkupfer, so kann es mit 16—18 Theilen Blei sogleich auf der Capelle abgetrieben werden (vergleiche den folgenden Abschnitt legiertes Silber). Je mehr jedoch die Legierung ausser Kupfer und Silber noch fremde Körper (Gold, Blei und Wismuth ausgenommen) enthält, um so weniger ist es möglich, sie unmittel-

lem Abtreiben zu unterwerfen. Man muss dann erst, nach ngiger möglichst weit getriebener mechanischer Zerstücke- zunächst eine Verschlackung mit ihr vornehmen, die wie hnlich ausgeführt wird. In Bezug auf den Bleizusatz, mit die Verschlackung vorgenommen wird, gilt als Regel: ihn über Erfordern zu erhöhen, auch die Verschlackung durch starken Zuschlag von Borax zu befördern. Für Schwarz- fer, Gaarkupfer, Darrkupfer, Kiehnstöcke ge- n meist auf ½ Centner Probiergut 9—10 Centner Probierblei. wachsendem Gehalte an Zinn und Nickel kann man jedoch ungen werden, neben einem Boraxzusatz bis zu 50 Procent dem Bleizusatze bis zum 20fachen Gewichte des Probierguts teigen. Argentan und zinnhaltige Legierungen er- ern in Quantitäten von 50 Pfund 10—12 Centner Kornblei 20 Procent Borax, sehr zinnreiche 10 Centner Blei auf 25 d Substanz. Die Proben werden nach Umständen mehrfach acht und die Bleikönige concentriert. Bei silberreicherem iergut wendet man, um nicht zu grosse Silberkörner zu er- en, statt des Centnergewichtes das Markgewicht an. Das eden wird bei nicht zu hoher Hitze so lange forgesetzt, nur ein passend kleiner Bleikönig zurückbleibt. Ein iger Silbergehalt des Kornbleizusatzes wird bestimmt und ezogen.

2. Legiertes Silber (Barrnproben, Münzproben, Feinproben).

Eine vorgängige Verschlackung findet bei diesen Proben statt. Die Legierung wird mit einer bestimmten Quantität sogleich auf der Capelle abgetrieben. Man pflegt für diese ben in Deutschland meist das Markgewicht (pag. 19) an- venden.

Es ist zur genauen Ausführung dieser Proben nöthig, den Vorproben.
alt der Legierung annähernd durch die Probiernadeln,
welche die Legierung beim Glühen annimmt
fige Probe zu ermitteln, falls man
Wegen in Erfahrung gebracht hat,
dass zur möglichst richtigen

Ermittelung des Silbergehalts die Menge des beim Abtreiben z
zusetzenden Bleies mit der Zusammensetzung der Legierung
einem gewissen Verhältnisse stehen muss. Ein zu grosser Bl
zusatz hat einen Silberverlust zur Folge und bei zu geringe
Zusatze gewinnt man kein reines Silberkorn, da dann nicht all
Kupfer in die Glätte geführt werden kann, sondern in zähe
Zustande das Metallbad überzieht (Ersaufen der Probe).

An dem äussern physikalischen Verhalten ein
aus Kupfer und Silber bestehenden Legierung lässt sich e
Schluss auf deren Zusammensetzung machen. Sie ist um
reicher an Silber, je grösser ihr specifisches Gewicht, je weiss
ihre Farbe und je geschmeidiger sie ist, d. h. je leichter sie s
hämmern, schneiden und feilen lässt (auch je weniger Klang
hat); und umgekehrt, ist sie um so reicher an Kupfer, je leichte
gelber, härter (und klingender) sie ist. Die Farbe hat man b
hufs der Untersuchung auf dem Probiersteine benutzt. Die
Untersuchung setzt die Anfertigung einer Reihe von Legierunge
welche 16, 15, 14, 13, 12, 10 &c. Loth Silber in der Mark e
halten, voraus, die man in Form von kleinen Stäbchen (Nadel
oder Linsen vorräthig hält. Auf einem glatt geschliffenen, harte
schwarzen Steine (Basalt, Kieselschiefer) macht man nun Strich
mit den verschiedenen Probiernadeln und zieht daneben Strich
mit der zu untersuchenden Legierung. Bei hinlänglicher Übun
kann man durch die Vergleichung der Farbe des Strichs de
Gehalt bis auf halbe Lothe (in der Mark) oder noch etwas näh
abschätzen. Ist, wie bei Münzen und verarbeiteten Silberwaaren
die Oberfläche der Legierung durch Absieden reicher geworden
so muss solche erst etwas abgescheuert werden, bevor man d
Striche zur Vergleichung auf dem Probiersteine zieht.

Diese von den Gold- und Silberarbeitern benutzte Method
kann zu der vorläufigen Untersuchung von gutem Nutzen sei
obgleich sie auf Genauigkeit keinen Anspruch hat und auc
eine kleine Menge von in der Legierung etwa enthaltende
Arsen, Zink oder Nickel diese fälschlich reich-
Der Probierstein wird mittelst Kohle und
Bimssteinpulver mittelst Leder, welches a
wieder gereinigt.

r genau ist die Voruntersuchung, dass man von der nerten Legierung kleine Stückchen sehr wenig unter glüht; hierbei wird die Oberfläche mehr oder weni- von einer Kupferoxydhaut überzogen. Reines Silber bei matt, bleibt aber weiss; 15löthiges wird gleich- ulich weiss; 14½löthiges wird matt graulich weiss rzen Streifen an den Rändern; 14—13¾löthiges wird hwarz und 13½löthiges wie alles noch ärmere Silber schwarz. Die Temperatur beim Glühen darf jedoch och sein oder zu lange anhalten, weil sonst die Farben end hervortreten.

chersten ist die vorläufige Untersuchung, bei der man Menge der Legierung, etwa ½ Mark, mit dem 16fachen Blei abtreibt und dann erst, nach annähernd gefunde- lte, zu der genauen Probe übergeht.

die beim Abtreiben einer Legierung je nach dem Ge- selben zu verwendende Bleimenge hat man Tabellen welche aus den Resultaten directer Erfahrung her- en sind. Erker gab folgende Verhältnisse an:

er Mark enthalten sind:		So muss Blei zugesetzt werden in Mark	Verhältnisse des Kupfers zum Blei
ilbers	Lothe des Kupfers		
	½	4	1 : 128
	¾	6	1 : 96
	1	8	1 : 64
	2	10	1 : 40, : 53
	4 — 3	14	1 : 32, : 54
	7 — 4	15	1 : 20, : 30
	12 — 8	16	1 : 16, : 21
	15—12		

cei gab später etwas abweichende Verhältnisse an, nstehende Tabelle zeigt:

Die Legierung besteht aus		Gehalt der Legierung an Silber in der Mark				Erforderliche Bleimenge nach Einheiten oder Mark	Verhältnis des Bleies z. Kupfer in d. Probe
Silber	Kupfer	Loth	Grän	Loth	Grän		
1,000	0,000	16	—	—	—	0,3	—
0,950	0,050	15	3,6	—	14,4	3	60:1
0,900	0,100	14	7,2	1	10,8	7	70:1
0,800	0,200	12	14,4	3	3,6	10	50:1
0,700	0,300	11	3,6	4	14,4	12	40:1
0,600	0,400	9	10,8	6	7,2	14	35:1
0,500	0,500	8	—	8	—		32:1
0,400	0,600	6	7,2	9	10,8		26,66:1
0,300	0,700	4	14,4	11	3,6		22,85:1
0,200	0,800	3	3,6	12	14,4	16 bis 17	20,00:1
0,100	0,900	1	10,8	14	7,2		17,77:1
0,010	0,990	—	2,88	15	15,12		16,02:1
reines Kupfer	1,000	—	—	16	—		16,00:1

Auf ganze Lothe berechnet sind erforderlich auf 1 Mark:

16	15¾	15½	15	14	13	12	11	10	9	8 löthiges Silber
0,3	1	2	4,41	7,76	9,64	11,00	12,26	13,50	14,95	16,50 Blei.

Aus diesen durch die Erfahrung im Allgemeinen bestätigten Zahlen geht hervor, dass man über Verhältnis mehr Blei anwenden muss, um das Kupfer in die Capelle zu bringen, wenn dasselbe mit einer grösseren Silbermenge verbunden ist.

Die nöthige Bleimenge hängt ausserdem noch von der Temperatur ab, in der man abtreibt. Je niedriger sie gehalten wird, um so mehr Blei ist erforderlich und umgekehrt, je höher man sie hält, je weniger ist genügend. Zu heisses Abtreiben ist jedoch, wie bereits angeführt wurde, stets mit einem Silberverluste verbunden. Es ist Regel, den Bleizusatz, für den man die Zahlen der obigen Tabellen als ungefähres Anhalten nimmt, nie unnöthig zu erhöhen.

Da der Capellenzug mit steigender Temperatur wächst, so ist es vorzuziehen, die Bleischwere etwas grösser, als in der Tabelle angegeben, zu nehmen und dann kühler zu treiben.

Die Grösse der anzuwendenden Capelle richtet sich nach der Grösse des Bleizusatzes, indem erfahrungsmässig eine Capelle ihr gleiches Gewicht an Glätte einzusaugen vermag.

Das absolute Gewicht der beim Probieren angewendeten

heit beträgt häufig $^1/_{16}$ Loth Cöln. (= 256 Richtpfennigstheile) $^1/_4$ Probiercentner. Dieses Gewicht wird als 1 Mark genommen d sind danach die Unterabtheilungen gefertigt. Zu jeder Probe rd dann eine Mark abgewogen, oder, ist die Legierung arm, ch $^1/_2$ Mark, dann aber die von unter sich stimmender Probe d Gegenprobe erhaltenen beiden Silberkörner zusammmen bis $^1/_4$ Grän verwogen. In Freiberg wird die Mark = 1 Gramm 1000 Theile getheilt; früher theilte man 1 Gramm als Mark 16 Loth, à 18 Grän, oder in 16 Loth, à 4 Quentchen, à 4 Pfennig, 4 Heller. Man wiegt bis auf Milligramme aus und gibt nur die raden Milligramme an, d. h. nur die geraden Zehntelprocente, B. 96,6 statt 96,7. Beim Privatverkauf gibt man das Gewicht $^1/_4$ Grän, nahe 1 Milligramm, an. In Frankreich wird zu er Probe 1 Gramm oder $^1/_2$ Gramm genommen; 1 Gramm gt 280,7564 Richtpfennigstheile. Die absolute Schwere des biergewichts ist zwar an sich gleichgültig; obige Schwere gt sich jedoch für die Anwendung bequem und passend.

Von der Legierung wird, wenn keine Granalien vorliegen, zu den Proben erforderliche Menge auf poliertem Amboss poliertem Hammer so weit ausgebreitet, dass sie bequem der Scheere zerschnitten werden kann. Die Schnitzeln st man in eine untergesetzte Schale von Porzellan, Kupferblech &c. len. Dann wird zu Probe und Gegenprobe auf einer ge- uen Kornwaage mit der Vorsicht eingewogen, dass man nicht kleine Stückchen nimmt, um einem möglichen Verluste desto herer vorzubeugen. Dass das Abwiegen mit grösster Genauigkeit d unter Umschaalen geschehen muss, bedarf kaum erinnert zu rden. Das Abgewogene wird in ein möglichst kleines Quadrat n feinem Briefpapier (Skarnitzel) oder ganz dünner Bleifolie wickelt, in welchem letzteren Falle das Gewicht der Bleifolie n dem Gewichte des richtigen Bleizusatzes in Abzug zu bringen Gewöhnlich macht man nur zwei Proben au in er noch mehrere zu gleicher Zeit anstellen, ichem Gehalte eine gleiche Bleimenge er Die nöthige Bleimenge wird auf ein age (Vorwaage) abgewogen. Man nim n gekörntes Blei, sondern lässt jedes z

Haupt-verfahren.

Quantum aus einem Stücke bestehen, welches man von einer dünnen Bleizaine abschneidet. Sind viele Proben dieser Art zu fertigen, so ist es sehr bequem, wenn man das Blei in kugel- oder halbkugelförmige Eingüsse (in ähnlicher Art, wie die Flintenkugeln gefertigt werden) giesst, welche so justiert sind, dass das abgegossene Bleistück 2, 3, 8, 10 &c. Probiermark wiegt. Die Eingussformen bringen beim Abgiessen zugleich auf das Bleistück eine dieses Gewicht angebende Zahl, um Verwechselungen vorzubeugen. Das Blei muss völlig oder bis auf höchst geringe Spuren frei von Silber sein.

Die Proben lassen sich zwar in jedem guten grossen Muffelofen anstellen; gewöhnlich aber bedient man sich kleinerer Öfen, theils der Kohlenersparung wegen, theils weil sich in einem kleineren Ofen leichter eine Temperaturveränderung hervorbringen lässt. Die Construction eines sehr zweckmässigen Ofens ist pag. 2[illegible] angegeben.

Nachdem der Ofen zuvor mit Kohlen von passender Grösse ganz voll nachgefüllt ist, wird zu Probe und Gegenprobe auf zwei gehörig abgeäthmete und heisse Capellen, deren immer mehrere im Ofen stehen, der nöthige Bleizusatz aufgetragen, das Muffelloch mit Kohlen geschlossen und sobald das Blei eingeschmolzen ist und zu treiben anfängt, welches bei genügender Hitze des Ofens sehr bald eintritt, die Legierung nachgesetzt, die nun auch schnell in Fluss kömmt (Oker). Einige Probierer haben die Gewohnheit, erst das Silber auf die Capelle zu bringen und wenn dieses rothglüht und das Skarnitzel verbrannt ist, das Blei nachzutragen. Auf diese Weise reicht man mit einer vielleicht um etwas geringeren Bleimenge aus. Dabei kann aber, wenn man das Blei nicht rasch genug nachsetzt, das Silber schmelzen, sich theilweise in die poröse Capelle ziehen und ein Theil der Einwirkung des Bleies entzogen werden (Oberharz und Freiberg). Auch setzt man wohl einen Theil des Bleies auf dann, wenn dieses treibt, das in Papier gewickelte Probiergut und endlich, wenn das Papier verbrannt ist, den anderen Theil Blei (Hannoversche Münze). Bei diesem Verfahren werden etwa am Rande der Capelle hängen gebliebene Metallkörner ins Metallbad gespült und die Temperatur herabgestimmt.

Zur Beurtheilung der zweckmässigen Hitze beim Abtreiben

dienen die bereits früher (pag. 301) angegebenen Kennzeichen. Der Rauch muss lebhaft wirbeln und man kann anfangs mit Glättrand und Federglätte treiben, wenn viel Blei angewandt wurde, z. B. bei Amalgamiersilber, bei 12löthigem Silber. Brandsilber darf keinen Glättrand ansetzen, weil der Bleizusatz zu gering ist und der Blick nicht heiss genug ausfallen würde. Die Temperatur pflegt unmittelbar nach dem Einschmelzen so hoch zu sein, dass man sie durch Schliessen der unteren Zugöffnung des Ofens etwas zu mässigen hat; auch kann man nach Erfordern die Temperatur des treibenden Metallbades dadurch erniedrigen, dass man die anfangs in der Mitte stehenden Capellen weiter nach der Muffelöffnung vorzieht, oder die Probe mit kalten Capellen oder Scherben umstellt oder ein kaltes Eisen (Kühleisen, Taf. IV. Fig. 86) über sie hält, oder die Kohlen aus der Muffelmündung theist wegnimmt. Geringhaltige Legierungen können anfänglich etwas heisser gehen, als silberreiche; fast reines Silber bedarf zum reinen Abblicken einer geringeren Temperatur, als eine arme Legierung. Die Muffelöffnung bleibt während des Treibens bis auf den Raum, welchen eine oder wenige kleine Kohlen einnehmen, völlig geöffnet. Letztere sollen dazu dienen, dass die Capelle nicht unmittelbar vom kalten Luftzuge getroffen wird. Statt ihrer bedient man sich zweckmässig kleiner Eisenstücke, wie sie Fig. 29 (Taf. II. Fig. 25) beschrieben sind.

Sobald das Treiben etwas vorgeschritten ist, kömmt noch ein neues Kennzeichen zur Beurtheilung desselben hinzu, nämlich die Farbe des von dem flüssigen Metalle frei gewordenen Theils (Randes) der Capelle, welche rothbraun sein muss; ist sie weiss, so geht die Probe zu heiss, würde sie schwarz, so geht sie zu kalt.

Erhöht wird die Temperatur durch Zulegen der Muffelmündung mit einer glühenden Kohle, durch Öffnen der Zugöffnungen des Ofens, durch ein Zurückschieben der Capellen nach dem hinteren Theile der Muffel und Herausnehmen der leeren Capellen oder Scherben. Das Gerathen der Proben hängt, ausser von der Wahl des richtigen Bleizusatzes, vorzugsweise von der guten Leitung der Temperatur während des Treibens und Blickens ab: und letztere steht nur durch sorgfältige Übung zu erlern

Je mehr sich die Probe dem Blicke nähert, um so kugelförmiger wird sie.

Sobald das Regenbogenfarbenspiel aufgehört hat, tritt ein reiner heller Glanz hervor; die Probe blickt und ist nun beendigt; sie wird nach und nach langsam der Muffelöffnung genähert, in der man sie eine Zeit lang stehen lässt, um nicht durch zu schnelle Abkühlung ein Spratzen hervorzurufen (pag. 302). Sobald es blicken will, schliesst man die Muffelmündung halb mit einem Steine, um die Luft etwas abzuschliessen, da gerade in diesem Augenblick das Silber Sauerstoff absorbiert und nachher spratzt. Doch scheinen auch atmosphärische Zustände auf das Spratzen einzuwirken. Wird ein grösseres Silberkorn nach dem Blicken noch längere Zeit erhitzt, so entstehen unter Verflüchtigung von Silber auf der Oberfläche des flüssigen Kornes einzelne Erhabenheiten, die sich zuweilen in einer Kruste zusammenreihen und nach dem Erkalten des Silberkornes eine matte silberweise Farbe besitzen. Nach Plattner scheint eine solche Ausscheidung aus einer Verbindung von metallischem Silber mit Silberoxyd zu bestehen und dürfte, analog dem übergaaren Kupfer, als überfeines Silber zu betrachten sein.

Bei gut gerathenen Proben wird Probe und Gegenprobe gleichzeitig oder unmittelbar nach einander blicken und das Gewicht der mit einer Bürste von Schweinehaaren gereinigten Körner gut stimmen. Zeigt sich eine die dieserhalb bestehenden Bestimmungen übersteigende Differenz, z. B. über $\frac{1}{2}$ Grän, im Gewichte, so muss die Probe wiederholt werden. Differiert bei einem Silberbarren die Ober- und Unterprobe, so kann man die Differenz durch 3 theilen, dem geringsten Gehalte $\frac{1}{3}$ zusetzen und vom höchsten $\frac{2}{3}$ abziehen, wo dann der gefundene Gehalt erfahrungsmässig nahe mit dem wirklichen Gehalte übereinstimmt, wenn man den Barren umschmilzt.

Ausser der entstehenden Gewichtsdifferenz bemerkt man bei Proben, welche mit zu vielem Bleie angestellt sind, dass die Körner statt einer stark halbkugelförmigen, eine mehr kugelförmige Gestalt haben, leichter spratzen und sich von selbst von der Capelle abzulösen scheinen, an der sie, wenn die Proben nicht sehr heiss beendigt sind, wenig anhaften. Der Theil, welcher auf der Capelle

ss, ist dann wohl von Bleioxyd gelb gefärbt. Blicken die oben schlecht, ist das Silberkorn flach und hat es scharfe nder, zeigen sich auf seiner Oberfläche graue oder schwarze ecken von Kupferoxyd und haftet es sehr fest an der Capelle, sind dieses, wenn die richtige Temperatur angewandt wurde, zeigen, dass nicht die gehörige Menge Blei zu der Probe nommen wurde.

Nach dem Aufhören der Regenbogenfarben darf der Blick eder zu schnell noch zu langsam hervortreten; erscheint er nerhalb der nöthigen Grenzen, so ist das Korn glänzend, rund it äusserst schwacher Andeutung von Krystallflächen), lässt ch leicht von der Capelle, deren Boden völlig trocken ist, ohne n erstarrter Glätte zu glänzen, trennen und ist unten weiss und rnig. Erfolgt der Blick zu schnell, so ist das Korn an einigen ellen wie poliert, an anderen matt, haftet mehr an der Capelle d ist unten häufig löcherig; geht das Blicken zu langsam vor ch, so ist die Oberfläche des Korns mattweiss, zeigt mehr oder weni- er grosse Eindrücke, hat mehr oder weniger Flecken von Kupfer- xyd, haftet stark an der Capelle und hat auch wohl einen Bleisack.

Das Aussehen der Capelle lässt zuweilen auf die Qualität er Beimengungen im Probiergute schliessen. Bei reinem Blei at die Capelle eine stroh- bis orangegelbe Farbe; Kupfer eranlasst eine grüne oder dunkelbraune Farbe; Eisen gibt nen dunkeln Fleck, hauptsächlich kurz nach dem Anfange der peration, auch Veranlassung zu einem dunkeln Ringe; Zink interlässt einen gelblichen Fleck, entlässt während des Processes ne leuchtende Flamme und reichlichen Dampf, wobei ein nicht nbedeutender Silberverlust stattfindet; Zinn bildet eine graue nd Antimon eine lockere gelbe Schlacke, welche die Capelle m Bersten bringt. Letztere Metalle erfordern zur gehörigen xydation eine reichliche Menge Blei.

Da während der ganzen Dauer der Operation die Aufmerksamkeit Anspruch genommen wird, so pflegt man nur gleichzeitig auf reiben. Das höchste, was gestattet sein möchte, dene Proben, also auf 4 Capellen, gleichzeitig muss aber die Muffel so breit sein, dass Reihe *neben* einander bequem Platz haben.

In Freiberg beschickt man 1 Mark Brandsilber bei 98,4—99,2 Proc. Silbergehalt mit dem 4fachen Blei, Amalgamiersilber bei 78—85½ Procent Silber mit dem 13—16fachen, Extractionssilber bei 98—98,6 Silber mit dem 5—6fachen Blei. Bei Münzproben und Bruchsilbern wird mehr Blei genommen. Münzen müssen, wenn sie weiss gesotten sind, zuvor gereinigt werden, und von Bruchsilbern nimmt man Granalienprobe

In der früheren Münze zu Clausthal nahm man zu granulierten Tiegelprobe bei 12löthig beschickten Thalern auf 4 Loth Probiergut 42 Loth Blei und bei der Stockprobe (fertige Thalern) doppelte Mengen; beim Probieren von Brandsilber zu 4 Loth Probe 16 Loth Blei. Am Unterharze nimmt man auf 16 Loth Brandsilber und Blicksilber 40—50 Loth Blei

Statt mit Blei können diese Legierungen auch mit Wismut abgetrieben werden. Das gewöhnliche Wismuth des Handel pflegt aber zu unrein hierzu zu sein und muss durch Abtreiben und Reduction des Wismuthoxydes zuvor gereinigt werden. E genügt zum Abtreiben etwa die Hälfte der Menge, welche von Blei erforderlich sein würde und die Körner spratzen selten oder nie. Da aber das Wismuth theurer ist und eher Übelstände als Vortheil bei der Operation hervorruft, so ist die Anwendung desselben nicht gebräuchlich. Da Wismuth sehr leichtflüssig ist so ist das Metall fast in stetem Sieden befindlich, wodurch leicht kleine Tröpfchen umhergeschleudert werden. Ausserdem gibt das leichter als Bleiglätte schmelzbare Wismuthoxyd durch das leichtere Eindringen in die Poren der Capelle zu bedeutenderen Silberverlusten Veranlassung und das Silberkorn bleibt immer Wismuth haltend. Dichtere Capellen und niedrigere Temperatur können in etwas diese Übelstände beseitigen. Das Blicken der Proben ist deutlicher und entschiedener. Es ist im Nachfolgenden das Abtreiben mit Wismuth nicht weiter berücksichtigt.

Capellenzug. Der bei jedem Abtreiben stattfindende Capellenzug ist bereits (pag. 284) erwähnt. Die Grösse desselben ist sehr verschieden und um so grösser, in je höherer Hitze das Abtreiben vorgenommen wurde, je poröser die Capellen sind und je mehr Bleimengen bei gleichem Gehalte der Legierung angewandt

rdem richtet er sich wesentlich nach dem Gehalte der rung. Dieser Verlust ist selten constant, wenn auch dieselbe rung in demselben Ofen, mit gleichen Capellen und von lben Probierer angestellt wird. Deshalb hat diese Probier- de, obschon sie einen so hohen Grad von Genauigkeit irt, wie keine andere Metallprobe auf trockenem Wege, ch eine Unsicherheit in ihren Resultaten. Sie gibt den gehalt, und zwar um eine veränderliche Menge zu e an. Dieser Verlust ist von der Münzcommission zu Paris chätzt, wie die folgende Vergleichungstabelle für die Silber- n, welche im Probierlaboratorio der Münz- und Medaillen- ission zu Paris angenommen ist, angibt:

er e-	Durch die Capellen-probe gefun-dener Silber-gehalt	Verlust oder Silbermenge, welche dem durch Cupella-tion gefunde-nen Gehalte zuzurechnen ist	Wahrer Silberge-halt	Durch die Capellen-probe gefun-dener Silber-gehalt	Verlust oder Silbermenge, welche dem durch Cupella-tion gefunde-nen Gehalte zuzurechnen ist
	998,97	1,03	500	495,32	4,68
	973,24	1,76	475	470,50	4,50
	947,50	2,50	450	445,69	4,31
	921,75	3,25	425	420,87	4,13
	896,00	4,00	400	396,05	3,95
	870,93	4,07	375	371,39	3,61
	845,85	4,15	350	346,73	3,27
	820,78	4,22	325	322,06	2,94
	795,70	4,30	300	297,40	2,60
	770,59	4,41	275	272,42	2,58
	745,48	4,52	250	247,44	2,56
	720,36	4,64	225	222,45	2,55
	695,25	4,75	200	197,47	2,53
	670,27	4,73	175	172,88	2,12
	645,29	4,71	150	148,30	1,70
	620,30	4,70	125	123,71	1,29
	595,32	4,68	100	99,12	0,88
	570,32	4,68	75	74,34	0,66
	545,32	4,68	50	49,56	0,44
	520,32	4,68	25	24,78	0,22

Vie schon gesagt, sind cht constant
lifferieren nach den U arbeitet.
n Freiberg hat man rhalten.

Bei Brandsilber fand man wegen des Capellenzuges 0,0015—0,
Silber zu wenig; in den mittleren Gehalten ist derselbe in
Tabelle zu niedrig angegeben. Es wurden z. B. gefunden
nassem Wege 11 Loth 17,6 Grän, auf trockenem Wege 11 L
16 Grän, demnach Differenz 1,6 Grän = 0,00555, währ
dieselbe nach der Tabelle 0,00452 ist. Dabei sind aber 16 B
schweren angewandt, während die Differenz nach der Tab
bei 11 Bleischweren erfolgte. Nach Plattner gibt Feinsil
mit dem 5fachen Blei oft bis 0,009, d. h. pro Mark 2,592 G
Verlust; Brandsilber mit 15 Loth Feine und dem 5fachen
1,2—1,7 Grän = 0,0042—0,0059; Raffinatsilber mit 11—12 L
Silber und dem 14—16fachen Blei 2,1—2,4 Grän = 0,0073—0,0
Verlust.

Schon frühere Versuche (1761—1769) Tillet's zeigten ni
nur, dass das Abtreiben den Silbergehalt der Legierungen
geringe angibt, sondern auch, dass die Capelle etwa das Dopp
des fehlenden Silbers enthält, und dass folglich das Probek
niemals ganz rein ist, sondern immer etwas Blei und Ku
zurückhält. Will man diese Metalle nachweisen, so löst man
oder mehrere reingebürstete Silberkörner in reiner Salpetersä
fällt das Silber aus der sehr verdünnten Lösung durch Salzsä
ab, dampft die filtrierte Flüssigkeit ein bis auf ein geringes Vo
und untersucht sie nun mit Ätzammoniak, Eisencyankalium
Schwefelsäure.

Aus der nachstehenden Übersichtstabelle [1]) ergeben
die Silbergehalte der in Deutschland jetzt üblichen Silberm
Legierungen:

---

[1]) Karmarsch, technische Bemerkungen über das Münzwesen. M
d. Hannov. Gewerbe-Vereins 1855, Lief. 2, pag. 95. — Ann
pour l'an 1856, publié par le Bureau des Longitudes. Paris, Ma
Bachelier, pag. 125.

...der	Münzsorten	Feingehalt		
		Loth	Grän	Tausendstel
...verein-	Doppelthaler oder 3½ Guldenstücke .	14	7,2	900
...ssen	Thaler	12	—	750
	Sechstel	8	6	520⅚
	Zwölftel	6	—	375
	Ganze und halbe Silbergroschen	3	10	222⅔
...hsen	Thaler	12	—	750
	Drittel	10	12	666⅔
	Sechstel	8	6	520⅚
	Doppelneugroschen	5	—	312½
	Einfache und halbe Neugroschen	3	12	229⅙
...nover	Thaler	12	—	750
	Sechstel und Zwölftel	8	6	520⅚
	Gutegroschen	5	—	312½
	Sechser	3	9	218¾
...enburg	Thaler	12	—	750
	Drittel	10	12	666⅔
	Sechstel	8	6	520⅚
	Zwölftel	8	—	500
	Schillinge	3	6	208⅓
...burg	Schillinge	6	—	375
	Sechslinge	4	—	250
	Dreilinge	3	—	187½
...men	Halbe Thaler	15	14	986⅓
	Sechstel und Zwölftel	11	15	739 17/72
	Groten	4	9	281¼
...rreich	Doppelgulden, Gulden, Zwanziger und Zehner	14	7,2	900
	Sechser	7	—	437½
...eutsche ...reins- ...aten	Doppelte, einfache und halbe Gulden	14	7,2	900
	Sechser und Groschen	5	6	333⅓
	Kreuzer (in Baiern)	2	12	166⅔
	„ (in Hessen-Darmstadt)	2	9	156¼

Die Scheidemünzen der Schweiz und Frankreichs ...en aus einer Mischung von 95 Kupfer, 4 Zinn und 1 Zink ...lagen. Die ...halten einen Zusatz von ...r.

Es soll ... in:

in Stücken von	Silber	Kupfer	Zink	Nickel
20 Rappen	150	500	250	100
10 „	100	550	250	100
5 „	50	600	250	100

Die Französischen Franken sind zu 14 Loth 7,2 Grän, di Englischen Silbermünzen zu 14 Loth 14,4 Grän ausgeprägt.

§. 70. Legierungen von Silber und Gold, sowi Legierungen von Silber und Platin.

Der Silbergehalt wird nach Methoden bestimmt, welche b den Proben auf Gold und Platin angegeben sind.

Zweites Kapitel.

Silberproben auf nassem Wege.

§. 71. Gay-Lussac's Titrierprobe.

Entstehung. Die erkannten Unvollkommenheiten der Capellenprob (pag. 284) veranlassten das Französische Finanzministerium, 1 eine besondere Commission zu ernennen, um das übliche Probi verfahren zu prüfen und die Veränderungen anzugeben, welch damit vorgenommen werden könnten. Gay-Lussac, welch an dieser Commission Theil nahm, schlug ein schon früher v ihm in seinem Laboratorio angewandtes neues Verfahren v welches sich bei weiterer Ausbildung bis zu einem solchen Grad der Vollkommenheit und praktischen Brauchbarkeit bewährt dass es fast mathematische Schärfe erreichen lässt und gegen wärtig in Frankreich und in den der Münzconvention vom 30. Juli 1838 beigetretenen Deutschen Staaten bei Ausprägung der Münzen gesetzlich eingeführt ist (pag. 329). Gay-Lussa beschrieb das Verfahren in dem pag. 6 angeführten Werke. E soll im Nachfolgenden unter Zufügung einiger Bemerkungen nur eine kurze Beschreibung dieser Probiermethode gegeben werden und muss in Bezug auf weitere Details auf das Werk von Gay-Lussac selbst verwiesen bleiben.

Nach dem Probierverfahren Gay-Lussac's auf nassem Wege findet man den wahren Silbergehalt der Legierung, wenn man ein bestimmtes Gewicht derselben in reiner Salpetersäure löst und dann die Menge einer Kochsalzlösung von bekannter Stärke sucht, welche gerade hinreichend ist, den ganzen Silbergehalt der Auflösung als Chlorsilber (Silberchlorür) niederzuschlagen. Verfahren.

Demnach wird also der Silbergehalt nicht durch das Gewicht des abgefällten Chlorsilbers gesucht, sondern aus der genau gemessenen Menge der verbrauchten Kochsalzlösung bestimmt, deren Stärke man durch vorgängige Versuche völlig genau kennt.

Man kann nun entweder das Gewicht der verbrauchten Kochsalzlösung oder deren Volum bestimmen. Ersteres erfordert etwas weniger complicierte Apparate, verlangt aber bei der Ausführung mehr Zeit als die zweite Methode, die man für die Praxis angenommen hat.

Will man die Genauigkeit, welche durch dieses Probierverfahren zu erreichen steht, wirklich erlangen, so ist es erforderlich, den Silbergehalt bereits annähernd durch eine Capellenprobe, durch eine vorläufige Untersuchung auf nassem Wege oder aus früheren Erfahrungen zu kennen. Das Vorhandensein von Kupfer, Blei oder irgend einem anderen Metalle (mit Ausnahme von Quecksilber) in der Auflösung des Silbers, hat auf die zu seiner Fällung nöthige Kochsalzmenge keinen erkennbaren Einfluss, so dass ein gleiches Gewicht Silber, mag es nun rein oder mit andern Körpern in Verbindung sein, um ausgefällt zu werden, stets eine gleiche Menge Kochsalzauflösung bedarf.

Dass alles Silber ausgeschieden ist, erkennt man daran, dass ein neuer kleinster Zusatz von Kochsalzlösung keine Trübung in der Lösung mehr hervorbringt. Um jede entstehende Trübung zu erkennen, ist es nöthig, dass die Auflösung klar sei und dieses erreicht man dadurch, dass man vor jedem neuen Zusatze von Kochsalzlösung die milchige Trübung einige Minuten heftig in der Flüssigkeit schüttelt, wobei das Chlorsilber zusammenbackt und klar werden lässt, indem es sich leicht und vollständig

ig der nassen Probe dem Volum (der

Kochsalzlösung) nach wird nun erforderlich, dass man sich
Kochsalzlösung von der Stärke darstellt, dass jedes Dec
(= 100 Cubiccentimeter oder ein Wasservolum, welches 100 Gr
wiegt) derselben genau die Lösung von 1 Gramm chemisch re
Silbers (siehe dessen Darstellung pag. 129) in Salpeters
zersetzt. Sie wird die Normalkochsalzlösung genannt. Fe
hat man eine genau 10fach schwächere Kochsalzlösung, die Z
kochsalzlösung, herzurichten, von der jedes Liter 1 Gramm chem
reinen Silbers abzufällen vermag. Ausserdem bedarf man
Auflösung von Silber in Salpetersäure, welche in 1 Liter Flüssi
genau 1 Gramm Silber aufgelöst enthält; sie heisst Zehntsil
lösung.

Der Apparat, dessen man sich bedient, muss zunächs
einem Gefässe A (Fig. 108, Taf. V.) zur Aufbewahrung der Nor
kochsalzlösung bestehen; letztere gelangt durch die Röhren
bei Öffnung der Hähne Z′ und R in die Glaspipette Q. Wäh
sich diese mit der Lösung füllt, entweicht die in ihr enthal
Luft aus dem geöffneten Hahne R′. Die Pipette Q ist so g
dass sie bis zu dem Strich a b angefüllt ein Deciliter Nor
salzlösung fasst und aus ihrer Mündung c, wenn diese geö
wird, in einem zusammenhängenden Strahle auslaufen la
kann. Bei Verschluss der Hähne R und R′ dient die Schrau
welche mit einer Öffnung in Verbindung steht, dazu, ein w
Luft eintreten zu lassen und dadurch einen langsamen Ab
der Normallösung bei c zu bewirken. In den Blechcylind
hat man eine Flasche von ähnlicher Form wie Fig. 109 gest
sie enthält die Auflösung der zu untersuchenden Legierun
Salpetersäure und man lässt nun das ganze Deciliter Normal
lösung aus der Pipette Q in sie hineinlaufen. Die Flasche
jetzt wieder aus dem Blechcylinder F weggenommen und n
dem sich ihr Inhalt nach vorgängigem Schütteln geklärt
untersucht man mittelst der Zehntsilber- und der Zehntkochs
lösung, ob noch eine Trübung durch eine derselben entst
Um mittelst der Normalsalzlösung das Silb
vollständig ausgefällt zu erhalten, ist es
Menge der Legierung in Salpetersäure
in ihr möglichst genau 1 Gramm rein

Da man bereits annähernd den Gehalt der zu untersuchenden ierung kennt, oder durch eine vorläufige Probe bestimmt hat, sieht man diese annähernde Gehaltsbestimmung vorläufig als htig an und berechnet danach, wieviel der Legierung man wiegen muss, damit in der abgewogenen und in Salpetersäure zulösenden Menge derselben 1 Gramm Silber enthalten ist. ber berechnete Tabellen, wie sie Gay-Lussac mittheilt, erheben den Probierer noch dieser leichten Berechnung.

Die Zehntsilberauflösung bereitet man dadurch, dass man Gramm chemisch reinen Silbers in 7—8 Gramm reiner Salpeter- re auflöst und diese Lösung bis zu 1 Liter Flüssigkeit mit stilliertem Wasser verdünnt. Man bedient sich hierzu eines lbens Fig. 110, welcher, bis zu dem Theilstriche a b angefüllt, Liter Flüssigkeit fasst. Die Zehntsilberlösung wird in einer sche mit Glasstöpsel aufgehoben. Zum Gebrauche bei den oben füllt man davon in ein Glas F Fig. 111, welches etwa Liter fasst und mit einem Korkstöpsel verschlossen wird, durch elchen eine Saugröhre P geht, welche auf die Weise geaicht , dass, wenn sie bis zu dem Striche c d gefüllt ist, sie ein biccentimeter (= dem Volum von 1 Gramm Wasser) heraus- esen lässt. Um nun mittelst der Saugröhre P ein Cubiccenti- eter Flüsssigkeit, — welches $^1/_{1000}$ des Gesammtvolums tspricht, in dem jetzt 1 Gramm Silber aufgelöst enthalten ist, — rauszunehmen, hebt man die in die Flasche F eingetauchte ugröhre wieder hervor, während man ihr oberes Ende mit feuchtetem Finger schliesst und lässt durch gelindern Druck sselben, wodurch also etwas Luft eintreten kann, die Flüssigkeit s der untern Öffnung o bis zu dem Theilstriche c d abfliessen. tzt schliesst man durch stärkeren Fingerdruck die Röhre so- leich völlig, bis man sie über eine Flasche gebracht hat, in elche sich ihr Inhalt durch Wegheben des Fingers entleeren ll. Ein auf diese Art genommenes Cubiccentimeter nennt man n Tausendstel; es ist leicht, $^1/_2$, selbst $^1/_4$ Tausendstel aus-

alkochsalzlösung nimmt man als
lz und Wasser rein wären,
) Gramme Kochsalz nöthig

hätte. (Eine leichte stöchiometrische Rechnung führt zu diese Resultate.) Es genügt jedoch käufliches Kochsalz anzuwende von dem man sich in gewöhnlicher Temperatur eine grösse Quantität gesättigter Auflösung darstellt und solche filtriert u bewahrt. Man erfährt, wie viel Salz sie enthält, wenn man ei bestimmte Menge davon abdampft. Man habe nun z. B. gefunde dass 100 Gramm derselben nach dem Abdampfen 24 Gram trockenes Salz geben, so bedarf man für 100 Liter Normalsalzlösu

$$24 : 100 = 542{,}74 : x = 2261{,}4 \text{ Gramm}$$

concentrierte Kochsalzlösung. Diese 2261,4 Gramm Lösung werd daher bis zu 100 Liter Flüssigkeit mit Wasser verdünnt.

Man kann diese Mischung sogleich in dem Gefässe A (Fig. 10 vornehmen. Nach gutem Umrühren spült man die Röhre Z und die Pipette Q mit dieser Auflösung aus und schreitet zu zur Rectification der Normalsalzlösung. Zu diesem Zwecke b reitet man sich zunächst eine vorläufige Zehntsalzauflösu dadurch, dass man 1 Masstheil der noch unrectificierten Norma salzlösung mit 9 Masstheilen Wasser vermischt. Man kann diesem Zwecke die Pipette Q bis zum Striche a b füllen u lässt dann ihren Inhalt in einen völlig reinen Literkolben (Fig. 11 fliessen, den man darauf genau bis zum Striche a b mit Was anfüllt und damit genau mischt.

Mit einer eben solchen Saugröhre, wie Fig. 111 zeigt, welch bis zum Striche c d gefüllt, ebenfalls ein Cubiccentimeter Flüssigk fassen und auslaufen lassen kann, vermag man Tausendst der Kochsalzlösung zu nehmen.

Man hat zugleich in mehreren Flaschen, von einer dur Fig. 109 bezeichneten Form, in jeder 1 Gramm chemisch rein Silber in reiner Salpetersäure aufgelöst. Man lässt nun zu d Lösungen in zwei dieser Probeflaschen zu jeder ein Decili (d. h. den Inhalt der bis zum Merkstrich gefüllten Pipette Fig. 108) der zu rectificierenden Normalkochsalzlösung einfliess Nach dem Schütteln und Klären der Flüssigkeiten untersuc man die eine durch Zusätze von Tausendsteln der Zehntsilb lösung, die andere durch Zusätze von Tausendsteln der v läufigen Zehntsalzlösung. Vor jedem neuen Zusatze ein

usendstels muss sich die Lösung durch Schütteln wieder ge-
irt haben.

Entsteht durch die Zehntsalzlösung noch eine Trübung, so die Normalsalzlösung noch zu schwach; entsteht durch die berlösung eine Trübung, so ist sie zu stark.

Wir wollen annehmen, die obige Normallösung sei z. B. um Tausendstel zu schwach gefunden, so hat man

$995 : 2261{,}4 = 5 : x = 11{,}36$, d. h. man hat noch ,36 Gramme der concentrierten Kochsalzauflösung der anzu-rtigenden Normalsalzlösung zuzusetzen und genau damit umzu-hren.

Hätte man dagegen die Flüssigkeit um 5 Tausendstel zu stark funden, so hätte man

$$1005 : 100 = 5 : x = 497{,}51$$

h. man müsste ihr noch 479,51 Gramm Wasser zusetzen.

In beiden Fällen wird die Normalsalzlösung dem Gehalte, elchem sie entsprechen muss, näher gebracht sein. Um wieviel eses geschehen ist, hat man durch neue Proben auf dieselbe rt zu untersuchen, nachdem man Röhren (Fig. 108) und Pipette it der neuen Flüssigkeit zuvor ausgespült hat. Man muss mit esen Proben und der Rectification fortfahren, bis man eine chtige Normalsalzlösung dargestellt hat. Da es aber sehr hwierig ist, diese vollkommen richtig zu erhalten, so sieht man e als gut zubereitet an, wenn die Proben nur $^1/_4$—$^1/_2$ Tausendstel fferenz über oder unter der verlangten Normalstärke angeben. tzt erst kann man sich eine richtige Zehntsalzlösung bereiten.

Für die Anwendung bei den Proben hält man von letzterer in nem eben solchen Glase F (Fig. 111) mit Saugröhre P, wie man r die Zehntsilberauflösung anwendet, vorräthig. Jedes von ihr it der Saugröhre genommene Cubiccentimeter entspricht jetzt enau $^1/_{1000}$ der Kochsalzmenge, welche zur Abfällung von Gramm Silber erforderlich ist. Ein Tausendstel von der Zehnt-lberlösung mit einem Tausendstel von der Zehntsalzlösung ver-ischt, zersetzen sich gegenseitig ganz vollständig.

Dass die Anfertigung einer neuen Normalsalzauflösung hneller geht, wenn man von einer früheren Normallösung noch

eine richtige Zehntsalzlösung anfertigen und zurückbehalten kann, ergibt sich leicht aus dem bereits Gesagten.

Das Gefäss A (Fig. 108) zur Aufbewahrung der Normalsalzlösung kann aus Glas oder, wie gewöhnlicher, aus Kupferblech bestehen, welches innen gut mit einem passenden Firnis überzogen oder mit Pech ausgegossen ist, um eine Einwirkung von Kochsalz auf Kupfer zu verhindern. Der Deckel des Gefässes ist concav und hat eine Öffnung, welche durch einen mit Leder gedichteten Schraubenstöpsel verschlossen wird. Durch den Schraubenstöpsel geht noch eine Glasröhre l bis nahe auf den Boden hinab, durch sie kann zwar Luft zutreten, aber es kann keine Verdunstung stattfinden; n ist ein Stöpsel, durch welchen die Glasröhre verschlossen wird, wenn der Apparat nicht im Gebrauche ist. Die aus dem Gefässe abgehende Röhre Z Z enthält ein in ihr befindliches Alkoholthermometer, welches die jedesmalige Temperatur der Normallösung anzeigt. Die Pipette Q wird durch einen kleinen hölzernen, an eine Mauer oder einen Fensterrahmen befestigten Apparat unbeweglich und senkrecht erhalten. Etwa 3—4 Zoll von ihrem Ende geht die Ausflussröhre der Pipette Q durch einen mit seiner weiten Öffnung nach unten gekehrten Trichter, an welchem ein Rohr T angelöthet und dazu bestimmt ist, die salpetrigsauren Dämpfe abzuleiten, welche der Trichter auffängt. Man kann die Röhre T bei t entweder schief durch ein Fenster ins Freie leiten oder bringt sie mit einem Kasten D in Verbindung, in dem eine Lampe oder ein Kohlenbecken zur Beförderung des Zuges steht und aus dem dann alle Dämpfe durch das Rohr p in einen Rauchfang abziehen.

F ist ein Cylinder von verzinntem Eisenbleche, in welchen eine Flasche von der Form Fig. 109 gestellt ist. Letztere enthält die zur Probe abgewogene Legierung oder das Feinsilber, welches in ihr selbst in Salpetersäure aufgelöst wurde. Der Cylinder F ist mit dem Wischzeuge M fest verbunden und mit ihm in Leisten L L leicht so beweglich, dass je nach Erfordern der Cylinder oder das Wischzeug unter die Öffnung c der Pipette gebracht werden kann. Dieses Wischzeug besteht aus einem mit Leinwand überzogenen Schwamme oder einem elastischen, mit Tuch überzogenen Eisendrahtgeflechte.

Will man die Pipette Q mit Normalsalzlösung füllen, so ver-
sst man ihre Mündung c mit dem Finger, öffnet die be-
den Hähne R und R′ und lässt von der Lösung so lange
laufen, bis sie etwas über den Merkstrich a b aufsteigt.
schliesst man die Hähne R und R′, nimmt den Finger
bringt das Ende c der Pipette mit dem Wischzeuge in
rung und lässt durch sehr langsames Eintreten von Luft
die Schraube V die Lösung genau bis zum Theilstriche
abfliessen; schliesst sodann die Schraube V und öffnet sie
neuem, wenn man den Cylinder mit seiner Flasche unter
Öffnung geschoben hat, wodurch dann in letztere der Inhalt
Pipette langsam einfliesst. Der oder die letzten Tropfen,
he in der Öffnung der Röhre bei c hängen bleiben und
im zusammenhängenden Strahle mit ausfliessen, werden
einer Probe und Rectification mit in Betracht gezogen, und
h eine abermalige Berührung mit dem Wischzeuge weg-
mmen.

Um Verwechselungen zu vermeiden, ist jede Flasche (Fig. 109)
ihr Stöpsel mit einer Nummer versehen. Um das Schütteln
Flaschen zu erleichtern, hat Gay-Lussac einen Apparat
. 112) angegeben, welcher 10 Flaschen fasst, oben durch die
r R gehalten wird und unten mit einer Spiralfeder in Ver-
ung steht. Die Flaschen werden in ihm durch kleine Keile
stigt, ausserdem muss er eine Vorrichtung enthalten, welche
rend des Schüttelns die Stöpsel der Flaschen festdrückt.
ere ist in der Zeichnung nicht angegeben.

Noch ein anderer Apparat fasst 10 Flaschen, um in ihnen,
Wasser oder Sandbade, die Legierungen aufzulösen.

Als Beispiel für die Ausübung der nassen Probe dem Volum
sei eine Vereinsmünze (ein 2Thlr.- = 3½-Guldenstück) zu
rsuchen. Man weiss, dass in solcher in 1000 Theilen
Theile Silber und 100 Theile Kupfer (14 Loth 7,200 Grän
r in der Mark) enthalten sein müssen. Es ist eine Ab-
hung von 3 Tausendsteln im Gehalte auf oder ab unbeschadet
r Gültigkeit nach dem Münzgesetze gestattet.

Um die Menge der Legierung zu bestimmen, welche man
be einwiegen muss, um die Berechnung dieser

Gewichtsmenge nicht für den Gehalt von 900 Tausendsteln, sondern für einen Gehalt von 897 Tausendstel, weil die Erfahrung gelehrt hat, dass es weit sicherer und einfacher ist, bei Beendigung der Proben den Gehalt durch Zusatz von Tausendsteln der Zehntsalzlösung zu erhöhen, als gezwungen zu sein, Zehntsilberlösung zuzusetzen, ihn also niedriger zu finden, als man bei der Berechnung und dem Abwigen der Legierung nach dem angenommenen Gehalte vermuthet hat. Die Lösungen, zu denen man Zehntsilberlösung zugesetzt hat, klären sich weit schwieriger, als wenn man Zehntsalzlösung zusetzen muss. Oft klären sie sich gar nicht, so dass man gezwungen ist, eine neue Probe mit etwas mehr einzuwiegender Legierung zu beginnen.

Da wir in unserem Beispiele also annehmen, in 1000 Theilen seien 897 Theile reines Silber enthalten, so müsste man, um 1000 Theile feines Silber zu haben, 1114,83 Tausendstel der Legierung einwiegen [1]). Da es aber unmöglich ist, diesen Bruch von einem Tausendstel auf der Waage dem Gewichte nach genau zu nehmen, so wiegt man 1115 Tausendstel, d. h. 1,115 Gramme zur Probe ein. Nun sucht man noch den genauen Gehalt welcher dieser runden Summe entspricht und dazu hat man

$$1115 : 1000 = 1000 : x = 896{,}86$$

---

[1]) Metallgemische pflegen nicht so zu erkalten, dass die erstarrte Legierung eine durchaus gleichförmige Beschaffenheit zeigt. Diejenigen Stellen, welche am schnellsten erkalten, pflegen am reichsten an dem strengflüssigsten Metalle zu sein; diejenigen hingegen, welche beim Erkalten am längsten flüssig bleiben, am reichsten an dem leichtflüssigsten Metalle. Sehr auffallend tritt diese Erscheinung bei den aus Kupfer und Zinn bestehenden Legierungen hervor, weit weniger auffallend bei den Legierungen aus Kupfer und Silber. Die 2 Thaler-Stücke sind nun aus Zainen c d e f (Fig. 113) ausgeschnitten, an denen die Ränder c d e f etwas schneller erkalten, als die Mitte, daher letztere um eine, jedoch fast verschwindende, Menge reicher an Kupfer, als die Mitte des Zains sind. An den Stellen x und y kann daher die Münze etwas ärmer als in der Mitte sein. Um nun jedenfalls einen richtigen mittleren Gehalt derselben durch die Probe zu bekommen nimmt man von der Münze einen Quadranten weg und scheidet dann die Stücke a und a' zu den Proben aus; von jedem Stück nimmt man dann etwa gleiches Gewicht zu jeder einzelnen Probe.

h. man geht davon aus, die Legierung enthalte in 1000 Theilen 6,86 Theile Silber und nicht 897,00.

Die abgewogene Probe wird ohne Verlust in die Flasche ebracht, 6—10 Gramm Salpetersäure von 32° zugesetzt und im arienbade aufgelöst. Mit einem in eine rechtwinklig gebogene lasröhre endenden kleinen Blasebalge treibt man die gebildete lpetrige Säure aus der Flasche. Diese stellt man hierauf in en Blechcylinder F (Fig. 108), füllt die Pipette Q auf die ngegebene Art und lässt ihren Inhalt in die Flasche fliessen. n Schüttelapparate wird hierauf der Inhalt der Flasche 2—3 inuten lang heftig geschüttelt und nach dem Absetzen des hlorsilbers und Klären der Flüssigkeit mittelst der Saugröhre in Tausendstel von der Zehntsalzlösung zugesetzt. Entsteht dadurch auf der Oberfläche der Flüssigkeit eine Trübung, o verschliesst und schüttelt man die Flasche aufs neue, worauf an ein zweites Tausendstel der Kochsalzlösung zusetzt. Diese peration wird nach jedesmaligem Schütteln so lange wiederholt, is durch einen weiteren Zusatz keine Trübung mehr erfolgt. Angenommen, man habe, um zu diesem Ziele zu gelangen, Tausendstel Salzlösung (welche 4 Tausendstel Gramm reinen ilbers entsprechen) zusetzen müssen, so hat man nun alle Data, m den Silbergehalt des untersuchten Stückes feststellen zu önnen.

Zunächst ist klar, dass das zuletzt zugesetzte Tausendstel cht mit in Rechnung gezogen werden kann, weil es nichts hr wirkte. Es bleiben daher für die Berechnung noch Tausendstel. Man kann aber annehmen, dass schon das dritte usendstel zu viel war und dass, wenn man es nur zur Hälfte rechnet, man der Wahrheit am nächsten kömmt. Wir behalten her schliesslich nur noch $2\frac{1}{2}$ Tausendstel.

In den 1115 Theilen, welche zur Probe von der Legierung gewogen wurden, haben wir jetzt 1002,50 feines Silber gefunden. Wir haben desshalb

$$1115 : 1002{,}50 = 1000 : x = 899{,}1$$

h. das der Probe unterworfene Stück hat in 1000 Theilen 99,1 Theile feines Silber (... an in der Mark).

Man sucht es möglichst ... es man viele (6—10)

Tausendstel der Kochsalzlösung zusetzen muss, und wiederholt in einem Falle, in dem dieses nöthig würde, lieber die Probe mit einer etwas grösseren Menge der Legierung, weil man immer, wenn auch nur kleine Unrichtigkeiten zu fürchten hat, wenn man zu viele Tausendstel zusetzen muss.

Hätte nun aber das erste zugesetzte Tausendstel von der Salzlösung keine Trübung mehr hervorgebracht, so würde der Gehalt des Stücks genau oder unter 896,86 betragen. Um ihn genauer zu finden, zerstört man das erste Tausendstel der Zehntelsalzlösung durch Zusatz eines Tausendstels Zehntsilberlösung und fährt nach jedesmaligem Schütteln und Abklären mit dem Zusatz von einzelnen Tausendsteln der Zehntsilberlösung fort, bis keine Veränderung mehr dadurch erfolgt. Nehmen wir an, es kämen von den zugesetzten Tausendsteln der Zehntsilberlösung — nach Abzug des letzten wirkungslosen — drei zur Berechnung, so haben wir

$$1115 : 997 = 1000 : x = 894{,}16$$

d. h. der Gehalt der Legierung beträgt in 1000 Theilen 894,16 feines Silber. Man würde jedoch in diesem Falle am besten die Probe wiederholen, aber 1120 Tausendstel (d. h. 1,120 Gramme) der Legierung zur Probe einwiegen.

Es ist in dem Bisherigen immer angenommen, dass die Temperatur der Normalsalzlösung fortwährend constant bliebe. Diese ist nun aber nicht der Fall und sie wird bald eine etwas höhere, bald eine etwas geringere Temperatur zeigen, als die ist, für welche sie justiert wurde. Die jedesmalige Temperatur derselben zu beobachten, dient das Alkoholthermometer in der Röhre ZZ. Für Abweichungen in der Temperatur hat Gay-Lussac Correctionstabellen gegeben. Statt diese zu benutzen, ist es aber zweckmässiger, diese Differenzen dadurch zu beseitigen, dass man die Normalsalzlösung für eine mittlere Zimmerwärme justiert und nun an jedem Tage, an dem man probieren will, eine Probe mit einem Gramm chemisch reinen Silber anstellt, um jedesmal genau den Gehalt der Normal
in der man arbeitet, zu erfahren. G
zum Abfällen dieses 1 Gramm
1 Deciliter Normalsalzlösung, n

ıtnommen, erforderlich sei, so hat man dieses Tausendstel
ı gleichzeitig gefertigten Proben vorerst in Abzug zu
ebe man ihren Gehalt berechnet. Dieses tägliche Pro-
on 1 Gramm reinen Silbers ist deshalb noch vorzuziehen,
Erfahrung gezeigt hat, dass sich der Gehalt der Normal-
ielleicht durch Einwirkung der Gefässwände, Verdunstung
ängen reiner Wassertropfen im Gefässe A selbst, oder
t noch unbekannten Ursachen) um leichte Schwankungen
t, auch wird hierdurch der Nachtheil beseitigt, dass
e oben bereits angegeben ist, die Normalsalzlösung nicht
genau rectificieren kann.

diese Silberproben, dem Volum der Kochsalzlösung nach,
ınz unerlässlich, dass die Volumina der Literkolben
tte Q und der Saugröhren unter sich genau das völlig
Verhältnis haben. Dass dagegen z. B. die Literkolben
in Liter fassen, ist eigentlich unwesentlich, sobald nur
igen Gefässe eine mit ihnen genau verhältnismässige
aben.

die Berechnungen während des Probierens zu vermeiden,
n die von Gay-Lussac gegebenen Tabellen benutzen,
ıan für oft wiederkehrende specielle Fälle noch mehr
il gehende, vorher selbst berechnete Tabellen hinzu-
ınn.

st bereits angegeben, dass man für die Praxis die Proben
ım nach bequemer, als die dem Gewichte der Kochsalz-
ach gefunden hat, da man, ohne die zum Abwiegen der
g nöthige Zeit mit in Anschlag zu bringen, in einem
cht 30 verschiedene Proben vollenden kann, vorausgesetzt,
n ihren Gehalt bereits annähernd kennt.

man nur selten oder nur sehr wenige Proben zu machen
ın man sich des Verfahrens nach dem Gewichte der
lösung bedienen. Man hat sich eine Normalsalzlösung
llen von der 100 Gramm abgewogen, genau 1 Gramm
ı. Von dieser Normalsalzlösung gibt man
Fig. 95), welches 120—150 Gramme
bersten Theilstriche ein und wiegt
ab. Die Theilung am Giessglase

ist nach Grammen gemacht, gibt aber nur ein ungefähres A
um die Menge zu bestimmen, welche man ausgiessen wi
diesen Proben nach dem Gewichte bleibt die Menge der z
Probe abzuwiegenden Legierung immer dieselbe und
1 Gramm. Will man 2 Gramm nehmen, so muss danac
die Normalkochsalzlösung justiert sein. Da auch hier nö
dass man den Gehalt der zu untersuchenden Legierung
annähernd kenne, so kann man im Voraus beurtheilen,
von der Normalkochsalzlösung zu nehmen sei, um volls
Zersetzung zu erhalten. Man giesst diese Menge (nach d
lung abgeschätzt) aus der Öffnung o der Röhre des Gie
in die Flasche, welche die Legierung in Salpetersäure a
enthält und wiegt nun das Giessglas mit der zurückgebli
Lösung wieder, um das Gewicht der verbrauchten Nor
lösung zu erfahren. Genau lässt sich die Flüssigkeits
welche man zu verbrauchen beabsichtigt, gewöhnlich ni
dem Giessglase bringen, da man keine Mengen ausgiesse
welche kleiner sind, als ein Tropfen. Dies ist auch gleic
Es genügt, genau zu wiegen, wie viel Auflösung man ver
hat und dass diese Menge möglichst dem Gehalte entsp
genommen ist. Beendigt wird die Probe durch eine Zeh
salz- oder Zehntsilberlösung, die man ebenfalls dem Volu
in Tausendsteln zusetzt wie bei der Probe nach dem Vol
Kochsalzlösung.

Als geschichtliche Notiz hier noch die Bemerkung, d
der öffentlichen Bekanntwerdung des praktischen Theils
thode von Gay-Lussac in Deutschland Jordan [1]) in
ein Verfahren ausfindig gemacht und später beschrieb
welches zwar genaue Resultate gewähren kann, aber, wi
eigene Erfahrung zur Genüge überzeugt hat, in Bezug a
quemlichkeit bei der Anwendung dem Verfahren von
Lussac weit nachsteht [2]).

---

[1]) Poggendorff's Annalen XXXIV., 4

[2]) Die Unmöglichkeit, von dem Me
— vorausgesetzt, dass sie ni
nicht zugelassen werden kann

ist schon angegeben, dass das Vorhandensein von Queck-
uf die Menge der zur Abfällung des Silbers nöthigen
lösung Einfluss hat, die Probe dann also unrichtig wird. Ob
ber vorhanden sei, kann bei diesen Proben dadurch er-
verden, dass das abgefällte Chlorsilber, welches sich
em zerstreuten Lichte im Zimmer ausgesetzt, leicht und
färbt, nicht mehr gebläut wird, sobald es 4—5 Tausendstel
ber enthält. Bei 3 Tausendstel Quecksilber im Chlorsilber
noch keine merkliche Färbung sichtbar, die aber eintritt,
r Gehalt noch geringer wird.

muthet man solche geringe Mengen Quecksilber, so
man nur etwas (etwa $^1/_4$) Silber durch Kochsalzlösung
vobei denn der ganze Quecksilbergehalt mit abfällt und
ch den Nichteintritt der Färbung des Chlorsilbers noch
ar macht.

llen Fällen, wo demnach Quecksilber sich in der Legie-
ndet, muss das Resultat der nassen Silberprobe verworfen
und bleibt für die Untersuchung nur eine Capellenprobe
ar.

ein Gehalt an Schwefel und Zinn im Probiergute be-
gt die Anwendbarkeit des Verfahrens. Durch Anwen-
n concentrierter Schwefelsäure statt Salpetersäure als
ittel beseitigt Levol [1]) alle Übelstände.

§. 72. Sonstige Proben.

Schoffka [1]) löst eine gewogene Menge kupferhaltiges
Salpetersäure, neutralisiert und setzt eine titrierte Cyan-
ung zu, bis ein schwach rothbrauner Kupferniederschlag
der beim Schütteln nicht mehr verschwindet.

---

sehr unbequem. Hat man nun auch alle Schwierigkeiten, welche
nicht genau cylindrische Röhre verursacht, einmal glücklich über-
den, so ist man jedesmal gezwungen, die ganze Arbeit zur Ein-
zu wiederholen, wenn durch einen unglücklichen Zufall die
werden sollte. Ausserdem kann nur eine neue
wenn die vorhergehende bereits vollständig

2. Silberarme Erze &c., welche viel Schwefelungen enth werden durch Salzsäure oder Königswasser zersetzt, filtrier der getrocknete Rückstand mit Blei angesotten.

3. Geröstete Amalgamiererze untersucht man in Frei dadurch auf ihren Gehalt an unverchlortem Silber, dass das Chlorsilber zu verschiedenen Malen mit concentrierter salzsolution digeriert, den Rückstand mit Wasser auslaug im getrockneten Zustande mit Blei ansiedet.

Fünfter Abschnitt.

Proben auf Gold.

§. 73. Allgemeines.

Proben auf trockenem Wege.

Dieselben Eigenschaften, welche das Silber so auszei dass man sie behufs der Proben auf rein trockenem We dieses Metall benutzt, besitzt auch das Gold und zwar hohem Grade, dass Alles, was für diese Proben auf Silb sagt wurde, auch für die Proben auf Gold gilt und kau wegen des eigenthümlichen Vorkommens des Goldes oder unbedeutender Abweichungen in seinen Eigenschaften einige Modificationen nöthig werden.

Das Gold kommt in der Natur meist gediegen u wöhnlich in Verbindung mit andern Metallen, namentlich (1—40 Procent), seltener mit Quecksilber, Kupfer, Eisen, dium &c. vor. Nur selten findet sich dasselbe vererzt ausser Selen und Tellur scheinen als Vererzer dann noch mon und Arsen aufzutreten. In Schwefelkiesen (Goldki ist das Gold meist im gediegenen Zustande vorhanden. gediegen Gold sind die hauptsächlichsten Golderze: Gold gam 4 ($Au^2 Hg^5$) + $Ag^2 Hg^5$ mit 36,7 Gold, 5,0 Silbe 58,3 Quecksilber; Schrifterz Ag Te + 2 $Au Te^3$ mit 26, und 14,3 Silber; Weisstellur $(Ag, Pb)^2$ (Te, Sb) + 2 Au $Sb)^3$ mit 25—29,6 Gold und 2,8—14,6 Silber.

ın behandelt ein Gold enthaltendes Erz, Hüttenproduct &c.
), wie ein ähnliches Silber enthaltendes. Das Resultat der
ist aber, bedingt durch die Beschaffenheit des Probierguts,
er nur höchst ausnahmsweise reines Gold, sondern eine
ıng von Gold mit mehr oder weniger Silber. Das Eigen-
:he der Goldprobe besteht demnach vorzüglich in einer
:n Trennung des Goldes vom Silber. Es ist kein Beispiel
ıt, dass Erze, welche Gold, Kupfer und Blei enthalten,
ugleich auch Silber enthalten. Auch das aus Seifenwerken
nene Gold ist nicht rein, sondern mehr oder weniger
altig. Das Probierverfahren auf Gold muss daher, voraus-
, dass nicht schon eine solche Legierung zur Untersuchung
t, einmal darauf gerichtet sein, das in dem Probiergute
ene Gold als silberhaltige Legierung abzuscheiden, und
ns darauf, das Gold aus dieser Legierung auf nassem Wege
darzustellen.

er nasse Weg wird bei Erzen seltener, als bei Legie- Nasser Weg.
ı angewandt.

Erstes Kapitel.

oldhaltige Substanzen, welche keine Legierungen sind.

§. 74. Mechanische Goldprobe.

ur Bestimmung des in Seifenwerken und sehr fein ge- Verfahren.
:n Erzen, z. B. Goldkiesen im gerösteten und ungerösteten
ıde, enthaltenen metallischen Goldes bedient sich der Berg-
wohl einer mechanischen Probe, indem er durch Ab-
nmen die unhaltigen, specifisch leichteren Theile vom Golde
. In den Ungarischen Siebenbürgischen
berg- und Goldwasch zu ein kleiner Hand-
rtrog, in Amerika heibe von etwa
Durchmesser. Ind er Erz in eine
efung des Centru diese bei

Anwesenheit von Wasser rasch gedreht wird, werden die leichte Theile über die Peripherie hinweggeschleudert.

Der Sichertrog ist bei 18—36″ Länge und 12—18″ Brei an 3 Seiten mit einem 2½″ hohen Rande versehen. Man ve wäscht darauf einige Probecentner und mehr Erz so lange, b sich eine wägbare Menge Gold in einem Winkel angesamm hat, worauf dasselbe auf einem Thonscherben getrocknet wir

Ein geübter Arbeiter mag damit ein annähernd richtiges R sultat gewinnen können; auf den Namen einer dokimastisch Probe kann dieses Verfahren jedoch keinen Anspruch mache

Nach Boussingault kann man kiesige Erze, in denen d Gold nur in fein vertheiltem metallischen Zustande enthalten i auf die Art genau untersuchen, dass man solche zunächst vo ständig abröstet und dann auf dem Sichertroge verwäschst, b nur reines Gold zurückbleibt. Das durch die Röstung entstande leichte Eisenoxyd unterstützt dann die Manipulation sehr. Kerst hat dieses Verfahren zur Untersuchung goldhaltiger Schwefelkie angewandt, aber im Glascylinder abgeschlämmt und den gol haltigen Rückstand dann nach Zusammenschmelzen mit Bor und Blei weiter behandelt. Nach den Erfahrungen Tschef kin's [1]) möchte jedoch ein Abrösten goldhaltiger Erze zu ve werfen sein, weil dabei eine nicht unbeträchtliche Goldmen mechanisch verflüchtigt wird. Nach Winkler [2]) und Be querell [3]) ist indessen der Goldverlust nicht so bedeutend, a ihn Tscheffkin annimmt.

Das durch eine mechanische Aufbereitung im Grossen b reits fast ganz rein abgeschiedene güldische Silber darf nur m etwas Borax (im Graphittiegel) zusammengeschmolzen werde um es von geringen Mengen noch etwa anhaftender erdiger Thei zu reinigen.

---

[1]) Über den Gold- u. Silberverlust bei den Röstarbeiten von T Weimar 1836.

[2]) Lampadius, Fortschritte im Gebiete der Metallurgie.

[3]) Bergwerksfreund V., 51.

§. 75. Proben auf trockenem Wege.

Allgemeines.

Als allgemeines dokimastisches Verfahren für Erze, Hütten- oducte &c. werden ganz die Verfahrungsarten auf trockenem ege angewandt, welche für die entsprechenden Proben auf ber angegeben sind; nur muss man, wenn das Probiergut, e es äusserst häufig der Fall ist, sehr arm ist, weit grössere antitäten zu einer Probe verwenden, weil man, um die weitere antitative Scheidung des Goldes vom Silber mit Sicherheit vor- hmen zu können, wenigstens bis 9 Probierpfund güldisches ber nach dem Abtreiben gewonnen haben muss. Hieraus ist ichtlich, dass bei einem sehr armen Probiergute zu einer Probe -600 Probiercentner oder noch mehr erforderlich werden nnen, und man nur bei einem sehr reichen Probiergute mit em oder einigen Probiercentnern für eine Probe ausreicht. esen Gewichtsmengen gemäss müssen dann auch die Gefässe gewandt werden, oder man muss das Schmelzgut in eine ent- rechende Anzahl derselben vertheilen.

Je nach der Reichhaltigkeit des Probiergutes kommen folgende thoden zur Anwendung:

1. Die Ansiedeprobe. Dieselbe ist bei einem reichen robiergute oder einem solchen von mittlerem Gehalte an- rathen, weil sonst die abzutreibende Bleimenge zu gross werden ürde. Man siedet dann gewöhnlich 1 Centner Erz mit 8 Centner rnblei und bis ½ Centner Borax mehrfach (8—12fach) an und ncentriert nöthigenfalls die Könige. Nach Aidarow[1]) findet im Ansieden kein Goldverlust statt, wohl aber beim Abtreiben rch den Capellenzug. Das Gold saugt sich jedoch nur dann die Capellen ein, wenn es zuvor mit Blei verschlackt ist. ird Gold zu Blei gesetzt, welches auf der Capelle einge- hmolzen ist, so findet beim Abtreiben kein Goldverlust statt. ch mit ärmeren kiesigen Erzen lässt sich die Ansiedeprobe stellen, wenn man aus einer grösseren Quantität derselben 2—50 Probiercentner) im [illegible] rösteten Zustande rher die meisten fremd[illegible] chlor- ier Salpetersäure auszie[illegible]

[1]) Bergwerksfreund XVIII., 1.

Verfahren. 2. Tiegelschmelzen mit Blei oder Bleiglätte. Für ein ärmeres Probiergut wählt man gewöhnlich ein Tiegelschmelzen in der Art, wie früher (pag. 307 und 311) angegeben wurde. Sind die Nebenbestandtheile des Probierguts erdige Körper, so hat man Blei als Zusatz zu wählen; sind dagegen meist Schwefelungen vorwaltend, so wählt man Glätte und setzt keine oder nur wenig Kohle zu.

Für ungeröstete Erze (20—30 Probiercentner) ist eine passende Beschickung 4 Theile Pottasche, 8—12 Theile Glätte oder besser Bleizucker (pag. 126), ¼ Glas und Borax und ¼ Kohlenstaub. Aus Blättertellur zieht man zweckmässig das Tellur zuvor durch Behandlung mit Schwefelsäure aus [1]).

Von sehr armen kiesigen Erzen röstet man wohl ein Civilpfund unter der Muffel oder auf einem mit Thonmasse überstrichenen Eisenblech, welches man über Feuer legt, völlig ab, mengt das Röstgut mit ½—¼ Pfund Kali- oder Natronglas, ¼ Pfund schwarzen Fluss und 1 Pfund Probierblei (oder Glätte) zusammen, bedeckt mit Kochsalz und schmilzt etwa 2 Stunden lang entweder in einem einzigen Tiegel oder in Tuten, in welche man die Beschickung vertheilt hat. Das erfolgende Werkblei wird zerschnitten, die einzelnen Stücke auf Scherben verschlackt bis ein König erfolgt, den man abtreibt. Bei sehr armen Erzen müssen bis 3 Pfund davon zur Probe angewandt werden.

Wesentlich bei diesen Tiegelschmelzungen ist, dass die Masse in vollständig dünnen Fluss kommt, welches oft, z. B. bei der Untersuchung von Zinkblenden, einige Aufmerksamkeit verlangt, und ferner, dass bei ungerösteten Erzen alle Schwefelverbindungen zerstört werden, da sowohl beim Schmelzen entstandene und nicht wieder zersetzte Schwefelalkalien, als auch unzersetzte Schwefelmetalle kleine Goldmengen zurückhalten. Es ist, um letzteren Zweck sicherer zu erreichen, wohl ein Zusatz von Salpeter empfohlen, indess führt Salpeter durch das Aufschäumen der Proben leicht mechanische Verluste herbei und ein zu grosser Zusatz behindert die Reduction der Glätte; er ist daher nur mit grosser Vorsicht zu benutzen.

[1]) Österr. Zeitschr. 1854, pag. 279. — Wöhler, prakt. Übungen in der chem. Analyse 1853, pag. 93.

3. Lechprobe. Für arme Golderze, welche aus einem Verfahren.
emenge erdiger und kiesiger Substanzen bestehen, ist auch
ohl vorgeschlagen, solche mit gleichen Theilen Glas und Borax-
las bei starker Kochsalzdecke zusammenzuschmelzen und den
abei erhaltenen Rohstein (Lech) dann weiter zu behandeln.

Das nach einer dieser Methoden erhaltene gold- und silber- Abtreiben.
altige Blei wird ganz so, wie es beim Silber gelehrt wurde,
bgetrieben; nur müssen die Capellen, da Gold strengflüssiger
t als Silber, besonders gegen das Blicken hin etwas heisser
ehalten werden, um das güldische Silberkorn rein zu erhalten.
as Gewicht des Korns zeigt die Summe des Gehalts von Gold
nd Silber im Probiergute an und dient, nachdem man durch
in weiteres Verfahren den Gehalt an Gold im güldischen Silber
estimmt hat, zugleich zur Ermittelung des Silbergehalts, da dieser
infach der Differenz entspricht.

Stehen nur geringe Mengen sehr goldarmer Substanzen zu
ebote, so kann mittelst der angegebenen Methoden oft nur eine
pur Gold aufgefunden werden. Bei Zuhülfenahme des Löthrohrs
sst sich dann aber der Goldgehalt noch hinreichend genau auf
olgende Weise bestimmen. Man stellt sich aus 20—30 Probier-
entnern Erz &c. nach einer der vorstehenden Methoden ein gold-
altiges Silberkorn her, wiegt dieses nach dem gewöhnlichen
robiergewicht aus, zieht den durch Glätte oder Blei hineinge-
achten Silbergehalt ab, wiegt dann das Korn nach dem Löth-
hrprobiergewicht aus, zieht ebenfalls den in Rede stehenden
ilbergehalt ab, scheidet das Silber vom Golde nach der im
olgenden zu beschreibenden Methode und bestimmt das Gewicht
es geschiedenen Goldkornes auf einem Massstabe.

Bei Aufstellung des Probenresultates pflegt man in Deutsch-
nd gewöhnlich den Goldgehalt eines Erzes nicht für den Centner
esselben berechnet anzugeben, sondern gibt den Gehalt des
ldischen Silbers auf 1 Centner Erz in Ma[illegible] berechnet
und fügt dann noch den Goldgeh[illegible] bers
f eine Mark desselben berechnet [illegible]r
enär hinzu.

§. 76. Proben auf nassem Wege.

Folgende Proben können zur Anwendung kommen:

1. Das Verfahren mit Königswasser. Von go reichen Substanzen, z. B. goldreichem Quarz, wird 1 mehrere Probiercentner mit dem 3—4fachen Gewichte Kön wasser (4 Theile Salzsäure von 1,178 spec. Gewicht und 1 T Salpetersäure von 1,28 spec. Gewicht) im Sandbade digeri die Lösung abgegegossen, der Rückstand mit Königswasser a geklärt und mit destilliertem Wasser ausgewaschen. Nöthigen wird filtriert. Da das sich bildende Chlorsilber das Gold le verkrustet, so muss man beim Lösen öfters umrühren.

Aus der Goldchlorid enthaltenden Lösung wird das Gold regulinischen Zustande ausgeschieden. Damit sich dasselbe dem gewöhnlich noch überschüssig vorhandenen Königswa nicht wieder auflöst, dampft man die Lösung vor der Fällung weit ab, bis alle Salpetersäure verjagt ist. Man befördert d durch einen allmähligen Zusatz von concentrierter Salzsäure b Erhitzen. Darauf wird die Auflösung durch Wasser verdünn

Als Fällungsmittel für das Gold kann man anwenden:

a. Eisenvitriol $FeO, SO^3 + 7\ HO$, oder Eisenchlor $Fe\ Cl + 4\ HO$.

Die Lösung des Goldes sowohl, als die des Eisensalzes wird etwa 70° C. erhitzt und letztere in erstere gegossen, und z anfangs in geringen Mengen wegen der stattfindenden stürmisch Entwicklung von Stickoxydgas. Dabei wird das Gold als fe braunes Pulver ausgefüllt.

$$Au^2\ Cl^3 + 6\ Fe\ O, SO^3 = 2\ Au +$$
$$Fe^2\ Cl^3 + 2\ (Fe^2\ O^3, 3\ SO^3).$$

Wird eine abfiltrierte Probe durch Eisenvitriol nicht getrübt, so decantiert man die Flüssigkeit und wäscht d compacten Klumpen ausgeschiedene Gold au geglüht und gewogen wird. Sollte dasse sein, so kann es mit etwas Blei abgetrieben peter und Borax in einem Thontiegel gesc

Nach Morin [1]) schlägt Eisenvitriol 1/

[1]) Dingl., polyt Journ. LXXVI., 38.

der, nach Elsner [1]) weniger vollständig. Nach Levol [2]) t sich immer etwas Chlorsilber in dem Königswasser auf und rd dann durch das Eisensalz ebenfalls reduciert. Man wendet ses Verfahren am häufigsten an.

b. Kleesäure, HO, $C^2 O^3$, und kleesaure Salze. stere liefert nach Levol [3]) ein reines Gold, aber zur voll-ndigen Ausfällung desselben ist längere Digerierwärme (24 s 48 Stunden) erforderlich. Da bei der stattfindenden Ent-cklung von Kohlensäure Flüssigkeit leicht verspritzt, so müssen sse Gefässe angewandt werden.

$$Au^2 Cl^3 + 3 HO, C^2 O^3 = 2 Au + 3 Cl H + 6 CO^2.$$

Auf dieses Verhalten der Kleesäure zu Chlorgoldlösung hat mpel [4]) eine Titriermethode begründet.

c. Antimonchlorür. $Sb Cl^3$ mit Salzsäure versetzt, re-ciert nach Levol die etwas erwärmte Goldlösung nach igen Stunden.

$$3 Sb Cl^3 + 2 Au^2 Cl^3 = 4 Au + 3 Sb Cl^5.$$

Das Gold wird auf ein Filter gebracht, mit schwacher Salz-ure ausgewaschen und mit etwas Borax und Salpeter in einem lenen Tiegel zusammen geschmolzen. Auf 100 Gold gehen 0 Antimonchlorür.

d. Arsenchlorür, $As Cl^3$, durch Auflösen von arseniger re in Salzsäure dargestellt, reduciert das Gold aus neutraler schwach alkalischer Lösung rasch und vollständig.

$$3 As Cl^3 + 2 Au^2 Cl^3 = 4 Au + 3 As Cl^5.$$

Dieses Verfahren ist auch zu empfehlen.

2. Plattner's Methode mit Chlorgas für arme

) Dingl. XCVI, 490.
) Dingl. XCI., 232
) Dingl. XCI., 2
) Mohr, Lehrb. 4 p. 233.

Kiese und steinige Hüttenproducte [1]). Ein Pfund C gewicht und mehr von der Probesubstanz wird unter der M oder auf einem mit Thonmasse zu verschiedenen Malen ü strichenen und getrockneten und an den Kanten aufgebog Eisenblech, welches man über eine passende Feuerung br vollständig abgeröstet, das Röstgut mit so viel Wasser gefeuchtet, bis dasselbe einen lockern, wolligen Zustand er und entweder in einen Glascylinder, der über dem Boden e Tubulus hat, oder in eine mit dem verstöpselten Halse r unten gestellte tubulierte Retorte gethan, nachdem auf den B dieser Gefässe eine Schicht kleiner Quarzstücke und auf d noch eine Schicht klarer Quarzsand gebracht ist. Durch hitzung eines Gemenges von 1 Theil Braunstein, 4 Theilen säure und 1 Theil Schwefelsäure, die vorher mit gleic Wasser verdünnt ist, entwickelt man Chlorgas, leitet dieses Entfernung eines Salzsäuregehaltes durch eine Waschflasche Wasser und dann durch den Tubulus in den Cylinder oder d einen Kork hindurch in den Hals der Retorte. Die Gasentw lung muss anfangs langsam, später aber stärker stattfi Nachdem man über dem Erze das grüne Chlorgas wahrn lässt man dasselbe wenigstens noch 1 Stunde durch das fe Pulver, dessen Goldgehalt dabei in Goldchlorid verwandelt hindurchgehen.

Während der ganzen Operation ist der Glascylinder mit vorher erwärmten dünnen Kautschukplatte fest verschlo durch welche eine luftdicht damit zusammengebundene Glas das überschüssige Chlor auf den Boden eines Glascylinders in welchem sich spiralförmig zusammengerolltes, steifes un Weingeist befeuchtetes Löschpapier zur Umwandlung des C in Chloral und Salzsäure befindet.

Ist das Chlorgas nicht frei von Salzsäure, so werden nur Metalloxyde aufgelöst, sondern auch etwa noch vorhan Schwefel- und Arsenmetalle unter Bildung von Schwefel- Arsenwasserstoff zerlegt, welche das schon gebildete Goldch

[1]) Plattner, die Probierkunst mit dem Löthrohre. Leipzig p. 570. — Kerl, metallurg. Hüttenkunde III. a, p. 201.

r ausfällen und sich mit dem Chlorgas umsetzen. Je mehr efel- und Arsenmetalle noch im Röstgute geblieben sind, o länger muss man das Chlorgas durchleiten.

Nach Beendigung des Processes nimmt man den Apparat nander, bringt in dem den Tubulus des Cylinders oder den tenhals verschliessenden Kork eine kurze, enge Ablass- an und laugt mit heissem Wasser das Goldchlorid aus, es in ein untergesetztes Becherglas fliesst. Die Lösung wird alzsäure versetzt und das Gold durch Eisenvitriol (pag. 350) lisch ausgefällt. Dasselbe wird filtriert, ausgewaschen, ge- net, mit etwas Kornblei und Borax angesotten oder sofort lei abgetrieben. Auch kann man das Gold durch Schwefel- erstoffgas ausfällen und das Schwefelgold ansieden. Bei m Verfahren bleibt das Silber im verchlorten Zustande ge- lich in den Rückständen; nur bei schlechter Röstung, wenn viel andere Chloride bilden, entsteht beim Auslaugen eine ntrierte Lösung, in welcher das Chlorsilber nicht ganz un- h ist und dadurch ein geringer Silbergehalt ins Gold nen kann.

Allain [1]) empfiehlt, aus den gerösteten Kiesen vor der Be- lung mit Chlor das Lösliche durch Schwefelsäure wegzunehmen. st dieses Verfahrens lässt sich noch $^1/_{10,000}$ Gold extrahieren.

Zweites Kapitel.

Goldhaltige Legierungen.

§. 77. Legierungen des Goldes mit Silber und Kupfer.

Goldscheidung mittelst Salpetersäure

Die dokimastische Trennung des Golde- ht darauf, dass, wenn man die Legierur- ndelt, diese das Silber auflöst, das Gold

---

[1]) Dingl., *polyt. Journ. LXIII., 292.*

wird und metallisch zurückbleibt. Enthält das Probiergut, z. B. bei Münzen, Luxusartikeln, Seifen-, Wasch- oder Mühlgold, goldhaltigem Kupfer &c., noch Kupfer oder andere verschlackbare Metalle, so müssen diese zuvor durch eine Cupellation mit Blei fortgeschafft werden, da man zweckmässig nur eine von unedlen Metallen freie Legierung der Behandlung mit Salpetersäure unterwerfen kann. Nach älteren Erfahrungen gelingt die Trennung des Silbers vom Golde nur dann, wenn die Legierung nicht mehr als etwa $\frac{1}{4}$ ihres Gewichts Gold enthält. Neuere Erfahrungen lassen, wie später noch bemerkt werden wird, einen grösseren Gehalt an Gold zu. Ist das Gold in zu grosser Menge vorhanden, so muss die Legierung zuvor mit einem verhältnismässigen Zusatze von Silber zusammengeschmolzen werden, welches, wie Kupfer vorhanden, sogleich bei dem vorgängigen Abtreiben geschieht. Man hat dieses Verhältnisses wegen die Operation die Inquartation, und auch die ganze Trennungsmethode mit Salpetersäure die Scheidung durch die Quart genannt.

Das Kupfer hat eine grössere Verwandtschaft zum Golde als zum Silber und wird weniger leicht aus seiner Verbindung mit Gold durch Blei auf der Capelle verschlackt, als wenn es mit Silber legiert ist. Hierdurch wird beim Abtreiben eines Kupfer enthaltenden Goldes ein grösserer Bleizusatz nöthig, etwa ein doppelt so grosser, als bei einer entsprechend zusammengesetzten Legierung von Silber und Kupfer erforderlich ist. Es ist sogar nicht möglich, aus einer nur aus Gold und Kupfer bestehenden Legierung das Gold durch Cupellation völlig frei von Kupfer zu gewinnen, da das Gold, selbst bei dem grössten Bleizusatze, kleine, wenn auch nur äusserst geringe Mengen Kupfer zurückhält. Durch die Gegenwart von Silber in der Legierung wird die Abscheidung des Kupfers sehr erleichtert und man muss deshalb einer nur aus Gold und Kupfer bestehenden Legierung eine solche Silbermenge beim Abtreiben zusetzen, dass letztere die des Goldes um etwa das Dreifache übertrifft. Eine nur aus Gold und Kupfer bestehende Legierung lässt sich zwar mittelst Salpetersäure sogleich untersuchen, wenn die Menge des Kupfers wenigstens $1\frac{1}{2}$ Theil auf 1 Theil Gold beträgt; allein diese Me-

steht der gewöhnlichen Quartation nach, weil eine solche

schon das erforderliche Ausplatten durch die Oxy-
es Kupfers oder auch durch eine gewisse Sprödigkeit
; dann auch die Trennung der letzten Kupfertheilchen
er ist, längeres Sieden mit Salpetersäure verlangt und
röllchen leichter zerbrechen. Legierungen aus Gold
er allein kommen jedoch selten vor und können dann
16—18fachen Kornblei angesotten werden; gewöhnlich
sie noch eine grössere oder geringere Menge Silber.
Erfahrung hat ferner gezeigt, dass die zum Abtreiben Vorproben.
erung anzuwendende Bleimenge eine gewisse Grenze
erschreiten darf, wenn man nicht einem Verluste an
tallen ausgesetzt sein will; dann auch, dass, wenn das
s des Silbers zum Golde ein grösseres oder geringeres
ngegebene wird, dadurch gewisse Modificationen in der
ng der Legierung nöthig werden. Man pflegt gewöhn-
die oxydabeln Metalle vom Gold zu trennen, das Doppelte
Silber für gleiche Gehalte erforderlichen Bleimengen
den, was ganz einfach dadurch erreicht wird, dass man
probiergewicht halb so schwer nimmt, als das Silber-
wicht. Da ausserdem, wie bereits angegeben wurde,
m geringeren oder grösseren Verhältnisse des Silbers
le nicht alles Silber durch Salpetersäure aufgelöst wird,
t aus diesen Umständen, dass man zu einer genau und
zustellenden Probe bereits im Allgemeinen die Zusammen-
der Legierung kennen muss, um danach die Menge so-
s Inquartationssilbers, als des Bleizusatzes be-
zu können. Hat man daher nicht anderweitig (etwa
e ziemlich constante Beschaffenheit eines Erzes, ein und
Münzsorte &c.) allgemeine Kenntnis über diese Zu-
etzung, so muss zu ihrer Erlangung mit der Legierung
prüfung vorgenommen werden, die nur bis auf etwa
genau zu sein braucht. Diese besteht entweder in einer
nung mittelst des Probiersteins und vorgerichteter Pro-
der in einer wirklichen Vorprobe, bei der man
Silber in einer etwas überreichlichen Menge
Untersuchung auf dem Probierstein (
sich darauf, dass, je reicher eine Legierun

desto mehr ein damit auf einen schwarzen Grund gezogener (etwa 1½ Linien breiter und etwas längerer) Strich eine rein goldgelbe Farbe zeigt und um so weniger von reiner Salpetersäure oder einer Probesäure angegriffen wird. Diese Probesäure besteht aus 98 Theilen reiner Salpetersäure von 1,340 specifischem Gewichte (37° Baumé), 2 Theilen reiner Chlorwasserstoffsäure von 1,173 spec. Gew. (21° B.) und 25 Theilen destilliertem Wasser. Zur Gehaltsabschätzung wird der Strich einer zu untersuchenden Legierung mit Strichen verglichen, welche man mit Legierungen (den Probiernadeln) von genau bekannten Gehalten gezogen hat. Um den Strich von der zu prüfenden Legierung richtig abzunehmen, hat man darauf zu sehen, dass erst die Oberfläche etwas abgefeilt ist, weil diese verunreinigt oder wie bei den Münzen und Luxusartikeln durch Ansieden und das sogenannte Färben der Goldarbeiter etwas reicher geworden sein kann und auch ein reiner Bruch selten zu erreichen steht. Man bedarf 5 Reihen vorgerichteter Probiernadeln. Die erste Reihe besteht aus Kupfer und Gold, sogenannte rothe Karatierung, und steigt der Gehalt an Gold nach halben Karaten in den einzelnen Nadeln; die zweite Reihe, weisse Karatierung, enthält Nadeln aus Gold und Silber, in denen der Goldgehalt ebenfalls von halben zu halben Karaten steigt; die dritte enthält Nadeln für eine gemischte Karatierung, in welcher die Menge des Kupfers und Silbers gegen einander gleich ist und der Goldgehalt auch nach halben Karaten steigt; die vierte besteht ebenfalls aus Nadeln für eine gemischte Karatierung, in welcher Silber und Kupfer unter einander in dem Verhältnis von 2 : 1 mit dem zu halben Karaten steigenden Golde legiert sind, und die 5te Reihe bilden ebenfalls Nadeln für eine gemischte Karatierung, in welcher sich die Menge des Silbers zu der des Kupfers wie 1 : 2 verhält. Ausserdem hat man in Münzen und Stempelbureaux noch Legierungen, welche genau den gesetzmässigen Gehalten entsprechen. Die Prüfung auf dem Probiersteine beginnt damit, dass man ermittelt, zu welcher Art der Karatierung die zu untersuchende Legierung gehört. Dann streicht man von derjenigen Probiernadel dagegen, deren Strich sich in der Farbe am meisten dem der Legierung nähert. Die Striche müssen eine dünne zusammenhängende Lage bilden.

an bringt nun mittelst eines Glasstabes einen Tropfen reiner
alpetersäure auf dieselbe und beobachtet vergleichungsweise
eren Wirkung und ob sich, nachdem die Säure kurze Zeit ein-
ewirkt hat, beim Abwischen der Strich unverändert zeigt oder
ehr oder weniger abgeht. Auch benutzt man die obige Probe-
äure, welche so zusammengesetzt ist, dass sie auf eine 18 Karat
der mehr Gold enthaltende Legierung gar nicht einwirkt und
er Strich sich, nach der Anwendung der Säure, mit einem
einen leinenen Läppchen nicht abwischen lässt, vorausgesetzt, dass
tein und Säure eine Temperatur von 10—12° hatten. Reine
alpetersäure äussert auf eine Legierung von 15 oder 16 Karat
nd darüber fast gar keine Wirkung. Die Untersuchung auf dem
robiersteine kann zwar auf Genauigkeit keinen Anspruch machen,
esonders wenn der Gehalt an Gold geringer wird, liefert aber
u einer Vorprüfung genügend brauchbare Resultate, verlangt
doch ein scharfes und in diesen Untersuchungen sehr geübtes
uge. Da ausserdem die Anfertigung der Probiernadeln lang-
ierig ist, weil man nicht stets schnell auf den verlangten Ge-
alt kömmt, auch nicht immer gut geschmeidige Legierungen
hält, so pflegt nur da der Probierstein benutzt zu
erden, wo häufig Goldproben von verschiedenem Gehalte zu
ntersuchen sind, oder wo man sich (wie oft bei verarbeiteten
oldwaaren) mit einer Untersuchung auf dem Probiersteine be-
nügen will.

Vorprobe durch Abtreiben.

Will man den Gehalt genauer (bis auf einige Grän) erfahren,
s durch den Probierstein möglich ist, so treibt man eine halbe
robiermark der Legierung mit einem reichlichen, für nöthig
achteten Bleizusatze (d. h. höchstens dem 32fachen Gewichte
der 16 Probiermark) ab und wiegt das gewonnene reine
oldhaltige Silber. Der Verlust gibt genügend annähernd
enau den Kupfergehalt und dadurch den Gesammtgehalt an
old und Silber an. Dieses vorgängige Abtreiben fällt natürlich
eg, wenn man bereits durch die Probe auf güldisches Silber
n reines, von fremden Metallen freies M- - Ca-
elle gewonnen hat. Ist die Menge des -o-
iergute dargestellten güldischen Silbe-
ine Vorprobe nicht füglich erlaubt, so

benutzen oder etwas abweichend verfahren, wie noch später angegeben werden soll.

Die auf der Capelle gewonnene Gold- und Silberlegierung inquartiert man, hat sie eine tiefgelbe Farbe, mit dem 3fachen ihres Gewichts; ist die Farbe sehr lichtgelb, mit dem doppelten, und ist sie rein weis, mit etwa gleichem Gewichte Silber, d. h. man bringt eine genügende Bleimenge auf die Capelle und setzt nach dem Antreiben derselben das güldische Silber und das Inquartationssilber gleichzeitig zu. Nach dem Abtreiben plattet man das Metallkorn aus und lässt es mit mässig starker Salpetersäure, bis sich keine rothen Dämpfe mehr entwickeln, digerieren und einmal aufkochen und wiegt dann nach dem Aussüssen und Ausglühen das gewonnene Gold.

Hat man durch eine Art dieser Voruntersuchungen oder anderweitig von dem Gehalte der Legierung vorläufige Kenntnis, so kann man die genaue Probe anstellen. Das Verfahren dabei ist etwas abweichend, je nachdem die Legierung auf ein Theil Gold 3 Theile Silber oder weniger des letzteren enthält, silber- oder silber- und kupferhaltiges Gold ist, oder je nachdem mehr und oft beträchtlich mehr Silber gegen das Gold verhanden, die Legierung demnach aus goldhaltigem Silber besteht.

1. Silber- oder silber- und kupferhaltiges Gold.

Karatgewicht. Bereits pag. 20 wurde angeführt, dass das absolute Gewicht der für Goldproben eingeführten Probiermark gewöhnlich $^1/_{32}$ Loth Cöln. Gwicht beträgt und in entsprechende Unterabtheilungen nach Karat und Grän, seltener nach Decimaltheilung, abgetheilt ist. In Frankreich wird $^1/_2$ Gramm zu den Goldproben genommen. Die absolute Grösse des Probiergewichts ist zwar an sich gleichgültig, die obige Grösse hat sich aber als für die Praxis passend herausgestellt. Der Goldgehalt wird gewöhnlich bis auf $^1/_4$ Grän (oder bis auf 1 Tausendstel bei Decimaltheilung, wie in Frankreich) angegeben. Die benutzte Waage muss jedoch noch $^1/_8$ Grän oder $^1/_2$ Tausendstel sehr scharf anzeigen. Die Probe wird entweder doppelt angestellt, oder man wiegt 2mal eine halbe Mark ein und controliert dann durch das unter sich genau stimmende Gewicht des ausgebrachten Goldes die Richtigkeit

der Probe, verwiegt aber das aus den beiden halben Mark erhaltene Gold zuletzt für die Gehaltsangabe gemeinschaftlich.

Liegt ein oberer und ein unterer Anshieb aus einem Barren vor, so wiegt man von jedem ½ Mark ab, damit demnächst aus der Vergleichung beider Röllchen beim Auswiegen die Gehaltsdifferenzen im Barren erkannt werden können.

Von dem richtig genommenen und vorgerichteten (ausgeplatteten) Probiergute wird die erforderliche Menge, gewöhnlich 2 halbe Mark, sehr genau unter Umschaalen abgewogen, und beobachtet man dabei die Vorsicht, nicht zu kleine Stückchen zu nehmen, um mechanischen Verlusten vorzubeugen. Hat man von einem zu der Probe bestimmten Stückchen etwas mit einer feinen Feile abgenommen, so muss solches abgebürstet werden, ehe man es auf die Waage zurückbringt. Die abgewogene Legierung wickelt man vorläufig in ein kleines Papierskarnitzel. Nun wird eine solche Menge völlig goldfreies Silber abgewogen, dass sie höchstens das 3fache Gewicht des aus der Legierung zu erwartenden Goldes beträgt. Hat man die Legierung z. B. nach der Vorprüfung 12karätig gefunden, so werden 36 Karat (1½ Probiermark) Silber eingewogen, wenn man mit der ganzen Mark oder 2mal 18 Karat (¾ Probiermark), wenn man mit zwei halben Mark die Probe anstellt. Hat die Vorprüfung zugleich einen merklichen Silbergehalt ergeben, so muss dieser berücksichtigt werden und man wiegt um so viel weniger Silber ab. Dieses Inquartationssilber wird zu dem Golde in das Skarnitzel geschüttet. Besc

Das Zusatzsilber muss bei einer mit 3 Mark angestellten Probe völlig goldfrei sein, kann aber ohne Schaden etwas Blei oder Kupfer enthalten.

Das durch langjährigen Gebrauch sanctionierte Legierungsverhältnis von 3 Theilen Silber auf 1 Theil Gold ist nach Chaudet und Kandelhardt [1]) kein unabänderliches und naturnothwendiges, indem man nach demselben zweckmässiger verfährt, statt 3 nur 2½ Theile Silber zu nehmen. Bei diesem

[1]) Siehe den bereits pag. 131 angeführten Entwurf &c., dem die hier angeführten Erfahrungen Kandelhardt's entnommen sind.

Verhältnis bleibt bei dem Golde weniger Silber zurück, als bei dem alten von 3 : 1. Je grösser die Menge Silber im Verhältnis zum Golde genommen wurde, desto weniger konnte das zurückbleibende Gold silberfrei erhalten werden, es sei denn, dass man über das 8fache Silber stieg.

Nach Pettenkofer [1]) gelingt die Trennung der beiden Metalle noch gut, wenn auf 1 Theil Gold nicht mehr als $1^3/_4$ Theile Silber vorhanden sind, wenn man nur die Concentration der Säure gehörig berücksichtigt und hinreichend lange kocht. Je mehr die Menge des Silbers gegen die des Goldes steigt, desto mehr Silber bleibt bei dem Golde zurück, welches weder durch concentrierte Salpetersäure noch durch langes Kochen entfernt werden kann. Erreicht jedoch der Silberzusatz das 8fache, so findet eine fast vollständige Scheidung statt.

Nach Rammelsberg löst aus einer Legierung, die über 80 Procent Silber enthält, reine Salpetersäure alles Silber auf und lässt alles Gold ungelöst zurück; dagegen ist die Scheidung unvollständig bei einem Silbergehalte von 15 bis 80 Procent.

Man braucht gewöhnlich, wie bereits angeführt, doppelt so viel reines Blei, als zum Abtreiben eines gleichhaltigen Silbers. Die Bleischweren werden am besten in Kugelformen gegossen.

Über die zum Abtreiben erforderliche Menge goldfreien Bleies hat d'Arcet folgende Tabelle aufgestellt:

Wenn der Goldgehalt der Legierung beträgt		so sind Bleimengen erforderlich	Verhältnis, welches in der Probe zwischen dem Bleie und dem Kupfer existiert
in 1,000 Theil	in der Mark Karat		
1,000	24	1	0
0,900	21,6	10	100,000 zu 1
0,800	19,2	16	80,000 - 1
0,700	16,8	22	73,333 - 1
0,600	14,4	24	60,000 - 1
0,500	12,0	26	52,600 - 1
0,400	9,6	34	56,666 - 1
0,300	7,2	34	48,571 - 1
0,200	4,8	34	42,500 - 1
0,100	2,4	34	37,777 - 1

[1]) Bergwerksfreund XII, 6.

ndelhardt gibt folgende Verhältnisse an:

halt Mark	Goldgehalt in 1000 Theilen		Nöthiges Blei			
Gold	feines Gold		8faches Gewicht			
Karat	980—920	Tausendstel	12	-	-	der zu untersuchenden Legierung
-	920—875	-	16	-	-	
-	875—750	-	20	-	-	
-	750—600	-	24	-	-	
-	600—350	-	28	-	-	
-	350— 0	-	32	-	-	

ch dem Ergebnis der Vorprüfung wird die erforderliche Abtreiben.
ge gewählt und auf eine völlig heisse Capelle gesetzt.
sie zu treiben beginnt, wird das Gold und Inquartations-
enthaltende Skarnitzel nachgetragen und beim Abtreiben
en, wie pag. 322 angegeben wurde, nur mit dem Unter-
, dass man sowohl das Treiben, als besonders den Blick
eisser halten muss, um ein reines Metallkorn zu erhalten.
einen Zusatz von 100 Tausendtheilen Kupfer zu einer kupfer-
Probe soll ein Sprödewerden der Legierung beim nach-
Ausplattten vermieden werden [1]). Man setzt auch wohl
Hälfte Blei auf die Capelle, nach dem Antreiben die Le-
und dann die andere Hälfte Blei (pag. 322). Legierung
ber befinden sich entweder in einem Skarnitzel, oder
ien getrennt. Die Capellen stehen anfangs hinten in
fel; nach dem Antreiben zieht man dieselben vor auf die
wo Silber abzublicken pflegt, und schiebt sie wieder hinten
uffel, wenn $^2/_3$ des Bleies abgetrieben sind, so dass der
llständig erfolgt. Die Züge sind meist geöffnet, gegen
le wird die Muffelöffnung theilweise mit Kohlen zu-
Es darf sich keine Federglätte bilden und das erfolgende
uss bei krystallinischer Oberfläche vollkommen rund sein.
kaltem Blick ist das Korn höckerig und bekommt beim
n leicht Risse, sowie auch bei einem Gehalte von Palla-
idium &c. Bei zu niedriger Temperatur erhält die Capellen-
n glasiges Ansehen von nicht eingesogenen Oxyden,
grösserer Gold- und Silberraub in Verbind

gwerksfreund XIV, 523.

Unnöthige Hitze ist jedoch auch hier zu vermeiden. Obgleic
Körner nur selten spratzen, so sind die Capellen doch nach
Blicke nicht sogleich aus dem Ofen zu nehmen, um nicht d
eine zu schnelle Abkühlung das Metallkorn weniger dehnb
erhalten. Letzteres wird mit der Kornzange ausgestochen,
derselben ringsum gedrückt, abgebürstet und nach einem
gängigen nochmaligen Ausglühen mittelst eines polierten H a m
mit runder Bahn von etwa 1¼" Durchmesser und runden

Ausplatten der Legierung.

b o s s e s durch gelinde Schläge ausgeplattet. Der Amboss
um ihn gegen das Rosten zu schützen, mit einem Kasten
deckt sein und mittelst auf Holz gezogenen Leders zuweile
gerieben werden. Das Ausstrecken erfordert einige Vorsicht
jedes Rissigwerden vollständig zu verhüten. Nachdem das
durch einige Hammerschläge etwas abgeplattet ist, wird e
die hohe Kante gerichtet und der Rand ebenfalls ringsum (d
senkrecht gegen die Linien x x Taf. V. Fig. 114 geführte le
Schläge) etwas behämmert, so dass dieser glatt und eben
und nicht zackig wird. Man bringt nun das Korn auf e
Scherben oder einer umgekehrten Capelle unter die Muffel zu
um es schwach roth zu glühen und die durch das Häm
entstandene Sprödigkeit wegzubringen. Man setzt das wi
Ausplatten erst fort, nachdem das Korn wieder erkaltet ist.
es heiss leichter reisst; behämmert dann auch den Rand wi
und glüht von neuem aus. Das Korn erhält so nach und
die Formen a b c d (Taf. V. Fig. 114). Man setzt das Austre
so lange fort, bis man ein Blättchen von 1/6—1/8‴ (1/3 Millim
Stärke gewonnen hat, welches sich nach nochmaligem Ausgl
leicht mit den Fingern biegen lässt. Um die Stärke richtig
urtheilen zu können, bis zu welcher man das Blech austre
will, bedient man sich als Mass entweder eines starken S
blechs, in welches ein Einschnitt von der verlangten Stärke
macht ist und in welchen man das Blech ungehindert einschi
kann, sobald es die gewünschte Dünne erlangt hat, oder
treibt das Korn zu einem runden Bleche von einem bestim
Durchmesser (1, 1½" und darüber) aus. Die erste Art zu m
ist genauer, da sich die Menge des Inquartationssilbers
den verschiedenen Proben nicht gleich bleibt. Hat man 1

und 3 Mark Silber eingewogen, so treibt man die Legierung
kmässig bis etwas grösser aus, als 1/6 Thalerstück pr. Cour.
das Ausplatten mit Hammer und Amboss zu vollenden, ist
ehr zweckmässig, nachdem man anfänglich auf dem Ambosse
s ausgeplattet hat, sich eines kleinen Walzwerks zu be-
en, bis das Blatt dann eine mehr oder weniger ovale Form,
etwa 23 Millim. Länge und 12 Millim. Breite, annimmt und
einer ganzen Stärke überall leichter gleichmässig wird. Man
s sich hüten, beim Ausglühen der Bleche zu starke Hitze zu
en, weil sie sonst leicht blasig und später schulfrig werden,
r gar schmelzen. Ist die verlangte Stärke erreicht, so werden
Bleche nach einem nochmaligen Glühen mittelst einer Spitz-
ge und der trockenen Finger spiralförmig zusammengebogen,
h nur so dicht, dass einiger Spielraum zwischen den Win-
gen bleibt. Die Spitzzange muss völlig blank sein und
f keine scharfen Kanten haben. Um etwa anhaftende, von
Fingern herrührende, fettige Substanzen wegzuschaffen,
rden die Röllchen nochmals schwach geglüht, dann in einen
ben (Taf. IV. Fig. 87 a) gebracht und in ihm anfangs mit
wacher, dann mehrere Male mit starker Salpetersäure be-
delt. Kandelhardt, welcher bis 12 Röllchen gleichzeitig
Salpetersäure behandelt, numeriert solche vor dem Aufbiegen
Zahlenpunzen und Hammer.

Dieses Ausplatten der Körner zu Blechen ist unerlässlich,
il sonst die Salpetersäure nicht bis in die Mitte der Metall-
sse eindringen und das Silber weglösen würde. Treibt man
Bleche zu dünn aus, so behalten die Röllchen keinen Zu-
mmenhang und werden durch die Bewegung in der kochenden
lpetersäure zerrissen, was leicht mechanische Verluste veran-
ssen kann, oder doch stets der Sicherheit des Probenresultats
chtheilig ist. Wenn man nicht sehr mit der Zeit beschränkt
, so behandelt man eine jede Probe, höchstens Probe und
genprobe, allein in einem Kolben, weil bei aller Vorsicht doch
itunter ein Röllchen zerrissen wird.

Scheidung durch Salpetersäure.

Es sind verschiedene Arten im Gebrauche, die Goldprobe
t Salpetersäure, welche frei von Chlor, Schwefelsäure und sal-
triger Säure sein muss, zu behandeln, stets wird das oder die

Röllchen zu mehreren Malen mit reiner Salpetersäure (pag. übergossen und digeriert. Man erhitzt dabei den Kolben freiem Kohlenfeuer, indem man ihn in ein passendes S (Taf. III. Fig. 50) bringt, welches zugleich die unmittelbare rührung zwischen Kohlen und Kolben verhindert. Taf. Fig. 49 zeigt ein von Gay-Lussac beschriebenes Stativ dem Laboratorio des Stempelbureaus in Paris. Der Kolbe steht auf einer durchlöcherten Eisenplatte oder auf einem R und die sauren Dämpfe, bevor sie in den Rauchfang kom können, ziehen durch eine Glasröhre T von etwa zwei C meter Durchmesser und einem Meter Länge, welche an jedem E mit einer engeren Röhre t zusammenhängt. Das untere E geht ohne Reibung in den Hals des Kolbens. Weil der R zwischen beiden Röhren so enge ist, dass eine Schicht Flüssig darin hängen bleibt und ihn verstopft, so sind die Dämpfe nöthigt, in die dickere Röhre überzugehen, wo sie sich dichten und wieder in den Kolben zurückfliessen. Da auf Weise durch Verdunstung nichts verloren geht, so reicht mit einer geringen Menge Säure aus. Um den Dämpfen im einen freien Abzug zu lassen, ist es nothwendig, das untere der Röhre schief abzuschneiden, so wie man es in P sieht herabsinkende Tropfen sammelt sich dann an der Spitze verstopft nie die Röhre. In der Nähe des Kolbenhalses be sich eine Öffnung H, von ungefähr 5 Centimeter Höhe, welche die Luft in den dahinter befindlichen Rauchfang kann. Die untere Fläche dieser Öffnung ist mit einer nach Seite des Rauchfangs hin geneigten Glasscheibe bedeckt, welche die Salpetersäure herabtropft, wenn die Röhren, von Kolben abgezogen, an ihrem Gestelle N hängen. Unter der platte befindet sich eine andere von Eisenblech, mit Einsch bei e, an welche man den Hals des Kolbens anlehnt, damit nicht umfallen kann.

Das erste Kochen geschieht mit 1¼ Loth Salpetersäure 22° B. (in einem graduierten Glascylinder abgeme Aufhören der rothen Dämp in langes noch zweimaliges erhitzten Säure von 32°

iger gut, das dritte Kochen und zieht von dem beim zweiten
ben erhaltenen Goldgehalte $^1/_4$ Grän ab, welches der Er-
rung gemäss durch das dritte Kochen noch weggenommen
würde. Eine grössere Concentration der Säure, als 32° B.
adet nicht; nimmt man sie bei den letzten Kochungen schwächer,
entsteht ein grösserer Silberrückhalt.

Nachdem durch die letzte Kochung mit Salpetersäure alles Abspülen.
er aufgelöst ist, giesst man die Salpetersäure ab und wäscht
en und Röllchen mit heissem destilliertem Wasser mehrere
aus. Dieses Aussüssen muss mit neuem heissen Wasser
ft (etwa dreimal) wiederholt werden, bis aus dem zurück-
ebenen porösen Golde der letzte Rest von salpetersaurem
r weggenommen ist. Man giesst die Lösung vorsichtig aus und
das neue Spülwasser in den Kolben laufen, während man
n dreht, damit der Hals desselben rings nachgespült wird.
t nur reines, namentlich von jeder Chlorverbindung freies
er anzuwenden, weil Chlorsilber, welches sich sonst in den
des Goldes erzeugen kann, sich durch Wasser nicht weg-
n lässt und so nothwendig eine zu hohe Gehaltsangabe ver-
sen muss. Das letzte Aussüsswasser darf, nach dem
essen mit etwas Kochsalzlösuung versetzt, keine Trübung
gen. Zuletzt wird der Digerierkolben ganz mit Wasser an-
lt, man setzt dann einen umgekehrten kleinen Tiegel von
sem, fest gebranntem Thone auf die Mündung desselben und
t Tiegel und Kolben in dieser Stellung um, wodurch das
röllchen sich langsam aus dem Kolben in den Tiegel hinab-
t. Man hebt nun den Kolben vorsichtig so weit, dass sich
Tiegel langsam mit Wasser füllt und schiebt ihn dann schnell
den Rand des Tiegels zur Seite; aus letzterem giesst man
Wasser vorsichtig und mit Vermeidung jedes Goldverlustes
Das matte Gold hat eine bräunliche Farbe und ist sehr leicht
echlich; es wird im Thontiegel, den man auf das Blech vor Ausglühen des
Muffel des Probierofens stellt, vollständig ausgetrocknet, und Goldes.
mit einem numerierten Deckel versehenen Tiegel
so scharf (bei Hellrothgluth) ausgeglüht, dass
ldgelbe Farbe und einigen Glanz erhält.
ndern die Röllchen ihr Volum und werden

so fest, dass sie sich ohne Gefahr des Zerbrechens mit de
cette behandeln und abwiegen lassen.

Das starke Erhitzen des Goldes ist nach Varrentrap
umgänglich nothwendig, damit sich dasselbe zusammenzieh
seine grosse Porosität verliert, weil es sonst während des W
merkliche Mengen von Gasen contensieren würde.

Kandelhardt bringt die Goldröllchen aus dem Kolk
Thonscherben, welche auf der einen Hälfte des flachen B
einige Rinnen haben. In diese rüttelt man die Röllchen,
sie mit der Kluft berühren zu müssen, unter Wasser ei
dass sie getrennt liegen und nicht in Berührung gerathen kö
Wenn man mehrere Röllchen gleichzeitig behandeln will, s
sie so am wenigsten einer Beschädigung und beim Glühen
Aneinandersintern ausgesetzt. Beim Abwiegen werden di
Probe und Gegenprobe erhaltenen Röllchen (oder, hat ma
2 halben Mark operiert, die einzelnen Röllchen dieser P
zunächst gegen einander auf die Waage gelegt. Sie w
sich bei gerathener Probe das Gleichgewicht halten. S
sie merklich differieren, so muss die Probe von neuem beg
werden.

Der Goldgehalt wird meistens zu hoch angegeben,
daher rührt, dass der aus den Goldröllchen schwer zu
fernende kleine Silbertheil nicht bis zum Grade der Unwä
keit abgeschieden werden kann. Dieser Silberrückhalt ist abh
von dem Verhältnis der Silberbeschickung, von der Reinhei
zum Abtreiben benutzten Bleies und des Beschickungssi
von der Reinheit und dem specif. Gewicht der Salpeters
von der Zeit und Wiederholung der Kochung mit der S
vom Auswaschen und Glühen der Goldröllchen, von der
mischung von Platin, Iridium, Rhodium. Seltener wird
Goldgehalt zu gering gefunden, was dann seinen Grund
kann in zu heissem Treiben oder unverhältnismässigem B
satz, in Benutzung der ohne Silberzusatz abgetriebenen Goldk
und in Anwendung unreiner Salpetersäure, namentlich so
mit Beimischung von Chlor und salpetriger Säure.

ichts-
regeln. Es ist durch Erfahrung festgestellt, das sich nur dann
Silber vom Golde durch Salpetersäuure weglösen lässt,

Silber in einem so grossen Verhältnisse, wenigstens dem chen, mit dem Golde legiert ist, dass letzteres bei der Behandlung der Legierung mit Salpetersäure vollständig in ein bförmiges feines Pulver zertheilt wird. Stehen Gold und ber in einem solchen Verhältnis zu einander, dass das Gold einem zusammenhängenden Röllchen zurück bleibt, so kann es durch keine Art der Behandlung mit Salpetersäure ab- frei von Silber erhalten. Hiernach würde es gerathener so viel Silber dem Golde zuzusetzen, dass letzteres als Pulver zurückbleibt, wenn nicht das Kochen mit Salpeter-, das vollständige Aussüssen und Ansammeln des feinen s mit mehr Unbequemlichkeit und Schwierigkeit verbunden , als durch den Vortheil, ein von den letzten Spuren Silber Gold zu erhalten, aufgehoben wird. Nur bei dem gold- gen Silber, bei dem ohnehin das Gold nicht in Form eines chens zu erhalten steht, gewinnt man, wie später gezeigt den soll, dasselbe als feines silberfreies Pulver. Bei der ierung goldreicherer Legierungen ist es durchgängig einge- , mit dem Inquartationssilber nicht über das Dreifache des gehalts zu steigen, damit man das Gold als zusammen- endes Röllchen gewinnt, es sei denn, dass man in einem nderen Falle eine Controlprobe bei Erzielung von Staubgold llen will.

Ausscheidung des Goldes in Rollenform.

Wollte man bei der Behandlung des mit 3 Theilen Silber rtierten Goldes sogleich eine starke Salpetersäure anwenden, würde das Röllchen leicht zerrissen werden, ohne jedoch in zu zerfallen, und man würde davon alle Nachtheile des erförmigen Goldes haben, ohne es völlig silberfrei zu er- n. Man braucht daher stets bei der ersten Einwirkung eine dünnte Salpetersäure. Diese verdünnte Säure vermag aber bei weitem nicht alles Silber wegzunehmen und wieder- man daher die Abkochung der Röllchen, nachdem man die etersaure Silberlösung vorsichtig abgegossen hat, mit einer rkeren Salpetersäure noch ein- oder zweimal, wodurch der Rückhalt des Silbers im Golde so weit vermindern , dass er bei gehöriger Beachtung eine richtige Bestimmung Goldes erlaubt. Die Irrungen, welche durch diesen Rückhalt

Stärke der Salpetersäure.

entstehen können, werden um so geringer, je kleiner und
bedeutender er nach der Behandlung mit Salpetersäure ble

Bestimmung des Silberrückhaltes.

In der Überzeugung, diesen Rückhalt nie ganz beseitig
zu können, hat man gesucht, ihn bei allen Goldproben auf e
kleine, aber constante Grösse zu bringen, und verfährt man d
auf folgende Art:

Man richtet sich eine grössere Menge einer schwächeren
einer stärkeren Salpetersäure vor. Die erstere nimmt man
wöhnlich 22° B. (1,166—1,1864 spec. Gew.), die zweite 32°
(1,26—1,2962 spec. Gew.) Hierauf inquartiert man eine Probi
mark reines Gold, durch wiederholtes Auflösen in Königswas
und Fällen durch Eisenvitriol dargestellt, mit 3 Theilen goldfre
Silbers und digeriert das erhaltene Röllchen zunächst mit ein
bestimmten gemessenen Volum (fast 1 Unze) der schwächer
Salpetersäure, durch welches der Kolben bis etwa zur Hälf
angefüllt wird, so lange, bis die Entwicklung salpetriger Sä
längst vollständig aufgehört hat, wozu etwa $^1/_4$ Stunde erforderli
ist. Dann giesst man die salpetersaure Lösung vorsichtig
und digeriert von neuem mit der stärkeren Salpetersäure ei
bestimmte, am besten nicht zu kurze Zeit. Die Menge dies
Salpetersäure muss ebenfalls gemessen werden und ist gewöh
lich etwas kleiner, als die zur ersten Kochung gebrauchte.
Bezug auf die zu dieser Operation verwandte Zeit habe ich v
schiedene Probierer an Deutschen Münzen und Handelsplätz
von 1—10 Minuten abweichen sehen. Nach dem Aussüssen u
Glühen findet sich, dass das Gold um eine kleine Menge an
wicht zugenommen hat. Dieser Versuch muss der Sicherh
wegen auf genau gleiche Art wiederholt werden; ausserde
muss man auf gleiche Weise einige Legierungen von genau b
kanntem Gehalte untersuchen, oder man wiegt reines Gold u
Kupfer in einigen abweichenden Verhältnissen zu einer Probi
mark zusammen, quartiert und scheidet das Gold auf gleic
Weise ab. Man wird auch hier ein geringes Mehrgewicht d
Goldes finden. Nachdem man auf diese Art die Grösse d
Rückhalts an Silber sowohl bei feinem Golde, als auch bei einig
(etwa 2—3) verschiedenen Legierungen (man wird den gese
mässigen Gehalt der Goldmünzen, den gewöhnlichen Gehalt d

aschgoldes &c. wählen) gefunden hat, sieht man den Rückhalt
r die zwischenliegenden Gehalte als gleich oder proportional an.

Soll nun eine Goldlegierung untersucht werden, so wird sie
ei der Prüfung mit gleichen Mengen der vorgerichteten (ab-
estimmten) Säuren, und zwar eine genau gleiche Zeit und
uch sonst auf gleiche Art (auf ganz gleichartigen Capellen &c.)
ehandelt. Man wendet auch wohl von demselben Silber bei
en Proben an, welches man für die Inquartation des reinen
oldes benutzte. Ausserdem hat man zu beachten, dass die
lättchen beim Laminieren sowohl bei der Untersuchung des
einen Goldes, als später bei den Proben eine genau gleiche
ärke erhalten, da diese auf die Grösse des Rückhalts einen
erklichen Einfluss ausüben kann. Von dem bei der Probierung
r Legierung gefundenen Goldgewichte wird der früher aufge-
ndene und bestimmte Rückhalt an Silber für die Gehaltsangabe
gezogen.

Die Grösse des Rückhalts hängt einem grossen Theile nach
n der Zeit der Kochung mit der stärkeren Salpetersäure ab.
etzt man diese nur 1—2 Minuten fort, so kann er etwa 1 Grän,
lbst etwas mehr betragen, und ist man um so leichter einer
rung ausgesetzt, je grösser er ist. Setzt man das Kochen 8—10
inuten fort, so kann man ihn bis auf $^1/_4$—$^1/_8$ Grän herab-
ringen. Unter $^1/_8$ Grän habe ich ihn nach diesem Verfahren
cht erhalten können.

Vauquelin schreibt für die erste, 15—20 Minuten fortzu-
etzende Kochung eine Salpetersäure von 22° und für die zweite
ochung eine Dauer von 7—8 Minuten mit einer Säure von
2° B. vor, nimmt aber auf den Rückhalt an Silber keine
ücksicht.

Chaudet digeriert anfänglich mit einer Salpetersäure von
2° B., die er nur kurze Zeit einwirken lässt. Dann ersetzt er
iese Säure durch eine stärkere von 32° B., welche er 10 Mi-
uten lang sieden lässt. Darauf giesst er diese ab und w
olt das Kochen zum dritten Male wieder mit ein
2°, welche er 8—10 Minuten im Kochen erhält
uf den Rückhalt an Silber weiter keine Rüc
ewonnene Gold als rein an.

Ein grösserer Gehalt an Platin, sowie ein Gehalt an I
dium und Rhodium, namentlich die letzteren beiden, sind
grössten Feinde für dieses Verfahren, indem sie bei dem G
zurückbleiben. (Siehe die betreffenden Legierungen.)

Nach Pettenkofer [1]) enthält fast alles Scheidegold ei
Tausendstel Platin, welches zur Steigerung des Silberrückh
im Golde sehr viel beiträgt. Durch Schmelzen mit saurem schw
saurem Kali oder Natron in einem Platinschälchen oder Porze
tiegel und Auswässern der Masse lässt sich fast alles Silbe
Silbervitriol ausziehen. Der Rückhalt an Platin macht das
spröder; ersteres kann aber durch Schmelzen mit Salpete
Platinoxydkali entfernt werden, wobei indess auch ein nicht
bedeutender Goldabgang stattfindet. Das Platin disponiert
Gold zur Oxydation. Ein Silbergehalt schützt das Platin
Oxydation.

Goldverlust. Dass ein Goldverlust beim Abtreiben stattfindet, wenn d
zu heiss gehalten wird, oder wenn man die Legierung ohn
quartationssilber abtreibt (Chaudet gibt ihn für diesen le
Fall zu 1, 2 bis 3 Tausendtheilen an), ist eine bereits lä
bekannte Erfahrung. (Siehe Aidarow's Versuche, pag.
Dass dieser jedoch auch in einer zu berücksichtigenden M
stattfindet bei einem richtigen Abtreiben und bei Zusatz de
quartationssilbers, besonders wenn die Legierung viel K
enthält, ist erst später von Kandelhardt erörtert, der zug
dafür hält, dass der Capellenraub reichlich durch den Rück
an Silber im Golde gedeckt wird. Enthält die zu untersuch
Goldlegierung wenig oder gar kein Kupfer, so erscheint
Capellenraub an Gold weit geringer und daher der Silberr
halt nicht so vermindert, als bei dem kupferhaltigen Golde,
auch noch die grössere Masse mitwirkt, die weder verhä
mässig so viel auf der Capelle einbüsst, noch auch so leicht
Silber befreit werden kann.

Auch Levol hat einen Goldverlust durch die Capelle
dem gewöhnlichen Verfahren beobachtet, und ich h

---

[1]) Bergwerksfreund XII, 4, 38; XIII., 180. — Berg- u. h
pag. 710, 745.

suche gefunden, dass dieser Goldverlust $^1/_{50}$—$^1/_{80}$ derjenigen
ermenge beträgt, welche gleichzeitig in die Capelle geführt
d. Kandelhardt gründet auf seine obige Annahme sein Kandelhardt's
bierverfahren und gibt unter der Voraussetzung, dass man Probierver-
mit $2^1/_2$ Theilen Silber inquartiert hat (ein Verhältnis, welches fahren.
h von Chaudet nicht verworfen wird), in Bezug auf das
ben in Salpetersäure folgende Vorschrift, welche den Rück-
an Silber auf ein Minimum herabzubringen bezweckt.
nimmt 2 halbe Probiermark zu einer Probe und übergiesst
beiden Röllchen mit $1^1/_4$ Loth reiner Salpetersäure von 1,20
. Gewicht in einem Glaskolben von solcher Grösse, dass der
ch damit reichlich zur Hälfte angefüllt wird und stellt den
ben über ein Kohlenfeuer. Will man mehrere Röllchen in
m Kolben kochen, so muss man die Fertigkeit besitzen, die
ht zerbrechlichen Goldröllchen nach beendigtem Kochen un-
letzt aus dem Kolben zu bringen. Man nimmt alsdann zu
öllchen 2 Loth Salpetersäure &c. Dieser erste Aufguss kocht
den Röllchen so lange, bis alle rothen Dämpfe aus dem Halse
Kolbens verschwunden sind. Gleich nachdem man die
lchen auf das Feuer gebracht hat, giesst man eine gleiche
ntität Säure von 1,30 spec. Gew. in ein anderes Kölbchen
engem, zum Ausgiessen gut geformten Halse und stellt das-
be ebenfalls zum allmähligen Erwärmen über Kohlenfeuer, so
s diese stärkere Säure nach beendigter erster Kochung eben-
s siedend heiss geworden ist. Man nimmt nun den von rothen
mpfen befreiten Kolben mit den Goldröllchen mittelst Papier-,
ig- oder Lederlappen vom Feuer, giesst die kochende salpeter-
ire Silberlösung rasch und geschickt ab, ergreift den zweiten
lben mit siedender stärkerer Säure auf dieselbe Weise mit
r rechten Hand, indem man den ersten der linken übergibt
d giesst rasch, aber geschickt, die starke Salpetersäure auf
Goldröllchen, die man dann sogleich wieder auf das Feuer stellt.
s Kochen wird alsobald seinen Fortgang nehmen und 10 Min.
ng fortgesetzt. Ist der zu erwartende Goldgehalt über 20 Karat
der 850 Tausendtheile), so muss noch auf dieselbe Weise eine
rille Kochung, und zwar ebenfalls [illegible] Säure von
30 spec. Gew. vorgenommen [illegible] dann ebenfalls

Kolben gebrachten Kohlenstückchen zurückhalten. Diese Flüssigkeiten gelangen in drei in dem verschliessbaren Raume I aufgestellte Flaschen durch die Steinzeugröhren H, H', H''. Zur Abführung der Säuredämpfe münden die Öffnungen K, K', K'' B und C in die Esse des Muffelofens. J Schränke zum Aufbewahren von Capellen. m Schale zum Auffangen der aus den Hähnen der Gefässe F fallenden Tropfen. Fig. 120 hölzerne Zange zum Anfassen der Kolben beim Decantieren der warmen Flüssigkeiten. Fig. 121 und 122 Muffelofen; a grosse und b kleine Muffel, durch Thonplatten c d verschliessbar; e Thür zum Einbringen der Kohlen, um das Scharnier f drehbar und mittelst des Schwengels g g' g'' beliebig von der Vorder- und Hinterseite des Ofens aus zu öffnen und zu schliessen; h Blechtafel zum Aufstellen von Capellen &c.; i Rost aus beweglichen Stäben; k Öffnungen zur Reinigung des Rostes durch dicke Platten aus feuerfestem Thon, verschliessbar; l Platten, welche rings um den Ofen herumgehen; m Esse.

2. Goldhaltiges Silber.

Probierverfahren.

Wenn mehr als 3 Theile Silber auf 1 Theil Gold in einer Legierung enthalten ist, so behält bei der Kochung mit Salpetersäure das ausgeschiedene Gold nicht mehr die Form der Röllchen, sondern zerfällt je nach dem Silberverhältnis theilweise oder vollständig zu Pulver. Es bildet sich schon pulverförmiges Gold, wenn Gold und Silber in dem Verhältnisse wie 1 : 4 vorhanden sind. Um jedoch eine vollständige Auflösung des Silbers und zwar bei einer einmaligen Behandlung mit schwacher Salpetersäure und einmaliger Kochung in stärkerer Säure zu erreichen, muss dieses Verhältnis, nach den Erfahrungen von Kandelhardt, wenigstens wie 1 : 8 sein. Ist weniger Silber vorhanden, so muss man den Goldstaub noch zweimal in stärkerer Salpetersäure kochen lassen, um einer vollständigen Auflösung des Silbers gewiss zu sein. Enthält eine solche Legierung zugleich Kupfer, so muss sie ebenfalls vor der Behandlung mit Salpetersäure auf der Capelle abgetrieben werden. In Bezug auf den hierzu nöthigen Bleizusatz muss man sich nach der Beschaffenheit der Legierung richten; je reicher solche an Gold im Verhältnisse

e Probe gewonnen hat, zum zweitenmale mit Silber inquar- abtreiben und zur Goldbestimmung benutzen, so würde man Goldgehalt zu niedrig finden müssen.

Übrigens ist es (wie auch sowohl Chaudet als Kandel- dt empfehlen) unerlässlich, sich wenigstens von Zeit zu Zeit der Richtigkeit des Probierverfahrens durch mit genau ge- ten Legierungen oder reinem Golde angestellte Controlproben versichern, indem man Legierung und Gold am besten gleich- g die zu prüfenden Substanzen begleiten und das Probier- ahren durchmachen lässt.

Das von Peligot und Levol [1]) in der Pariser Münze Laborato für Go probe Goldproben eingerichtete Laboratorium, in welchem Probierer je 15 Goldproben auf einmal machen können, nachstehende Einrichtung (Taf. V. Fig. 115—122):

a Gasbrenner auf dem Rohre A A′ A″ befestigt, welches chtgas aus einem ausserhalb des Lokals befindlichen Gasbe- er aufnimmt. Mittelst des Hahnes bei A kann die Communi- on des Gasometers mit den Brennern unterbrochen werden, denen ein jeder ebenfalls einen Hahn zur Regulierung des zutrittes hat. (Fig. 118, Brenner in grösserem Massstab.) Ausschnitte, in denen die Hälfte der Glaskolben, während silberhaltige Gold darin mit Salpetersäure behandelt wird, ruhen.) Bänke zur Aufnahme der Kolben nach Vollendung des hens mit Salpetersäure. Ihre Mündungen befinden sich unter um Charniere beweglichen Klappen d d, die vor den Öff- gen C C angebracht und emailliert sind. E Schiefertafel, um Zeit des Kochens zu notieren. F F Gefässe von Porcellan, denen das eine Salpetersäure von 32° B., das andere de- iertes Wasser enthält. G Nische, in welcher drei porcellanene chter b angebracht sind, die aussen die Aufschriften „Sal- ersaures Silberoxyd", „Salpetersäure" und „Waschwasser" gen und mit Platinsieben (Fig. 119) versehen te n die Silberlösung und Auswaschwasser v st und welche die zur Verhinderung

[1]) Polyt. Centrbl. 1854, pag. 1442.

1,3 spec. Gew. = 34° B.; ist der Goldgehalt höher, so muss man zweimal mit der stärkeren Säure kochen oder doch das Kochen mit dieser stärkeren Säure etwas länger (bis wenigstens 10 Minuten) fortsetzen. Bei goldärmerem Silber ist es meist genügend, ½ Mark doppelt mit Blei abzutreiben und die erhaltenen beiden Körner ohne Laminieren zusammen nur einmal mit Salpetersäure von 30° B. so lange zu kochen, bis sich keine rothen Dämpfe mehr entwickeln. Kandelhardt wendet die von früheren Goldproben erhaltenen Auflösungen des salpetersauren Silbers an, welche noch immer viel freie Salpetersäure enthalten weil er gefunden hat, dass sich dann der Goldstaub mehr klumpt, nicht so fein zerrissen wird, wie in reiner Salpetersäure, und sich dann besser sammeln und abspülen lässt. Die gewonnene salpetersaure Lösung mus vollkommen klar sein und darf nicht etwa fein vertheiltes Gold suspendiert enthalten.

Das Auswässern, Ansammeln und Glühen des feinen, mehr oder weniger schwarzen Goldstaubes geschieht ganz wie bei dem früher angegebenen Verfahren für goldreichere Legierungen, erfordert aber mehr Aufmerksamkeit und grössere Übung, um bei dem fein vertheilten Golde jeden mechanischen Verlust mit Sicherheit zu vermeiden. Vor dem Abgiessen der salpetersauren Lösung und der Ausspülwasser muss sich der Goldstaub vollständig abgesetzt haben. Nach dem Umstürzen des Kolbens in den Tiegel kann man das vollständige Herabsinken des Goldstaubes durch gelindes Beklopfen des Kolbens unterstützen, muss aber dann noch zum vollständigen Ansammeln und Absetzen des Goldes Geduld haben und genügend lange den Kolben über dem Tiegel ruhig stehen lassen. Durch geschicktes Neigen bringt man beim Abgiessen des Wassers aus dem Tiegel den feinen Goldstaub auf ein Häufchen. Er backt nachher beim Glühen etwas zusammen und lässt sich durch gelindes Klopfen vollständig aus dem Tiegel ohne Weiteres, oder nach dem Abtreiben mit wenig Probierblei auf das kleine Schälchen der Waage bringen. Sein Gewicht gibt den Goldgehalt genau und richtig an. Es ist jedoch auch hier gut, durch synthetisch zusammengewogene reine Metalle, die man dann den Proben gleich behandelt, das Probierverfahren von Zeit zu Zeit zu controlieren.

B. Goldscheidung mittelst Schwefelsäure.

Schon vor sehr langer Zeit hat man die Schwefelsäure zur Mängel dieser
heidung des Silbers vom Golde benutzt, und im Grossen wird Methode.
se Methode fast ausschliesslich angewandt. Zu einer doki-
stischen Probe scheint sie jedoch nicht geeignet und ist für
se die Salpetersäure ausschliesslich im allgemeinen Gebrauche.
n erhält bei der Benutzung von Schwefelsäure nach Chaudet
l immer etwas weniger Gold, als wenn man Salpetersäure
wendet; auch gibt man an, dass das Gold keinen Rückhalt
Silber behalte, was indessen nach Pettenkofers [1]) Ver-
hen nicht der Fall sein dürfte. Für die Scheidung mit
wefelsäure muss die Legierung ebenfalls ein grösseres Ver-
tnis des Silbers zum Golde enthalten oder vorher mit Silber
uartiert werden; einige Probierer wollen 3 Theile Silber auf
Theil Gold, Chaudet 2 Theile Silber auf 1 Theil Gold. Das
chen muss zweimal 10 Minuten lang vorgenommen werden,
ch muss man nach jedem Kochen das Goldröllchen mit con-
ntrierter Schwefelsäure nachspülen, besonders nach dem
zten, ehe man Wasser nachgiesst, weil das schwefelsaure
beroxyd in Schwefelsäure leicht löslich ist, dagegen schwer
slich im Wasser. Diese Methode wird besonders durch den
hen Kochpunct der Schwefelsäure (326° C.) und das dabei
attfindende Stossen unpraktisch; sie muss ausserdem falsche
sultate geben, wenn beim Abtreiben auch nur eine äusserst
ringe Menge Blei (dasselbe würde bei Wismuth fast derselbe
ll sein) im Metallkorn zurückgeblieben ist; auch würde eine
ringe etwa vorhandene Menge Platin beim Golde zurückbleiben,
elches bei der Behandlung mit Salpetersäure nicht der Fall
. Statt des Kochens mit Schwefelsäure könnte man auch ein
chmelzen mit saurem schwefelsaurem Kali oder Natron vor-
ehmen.

C. Goldscheidung mittelst Königswasser.

ise Gold enthaltende Legierung auf die Art Mängel dieser
, dass man sie in Königswasser auflöst Methode.

[1]) XIII. 180.

und das Gold aus der Lösung durch Eisenvitriol abfällt (pa
steht ausser manchen andern Unbequemlichkeiten sch
erforderlichen Zeitaufwandes wegen dem gewöhnliche
fahren nach.

Aus einer dünn ausgeschlagenen Legierung, welche
als ungefähr 15 Procent Silber enthält, wird von König
alles Gold aufgelöst, indem alles Silber als Chlorsilber zurüc
Bei einem Gehalte der Legierung von 15—80 Procent Silb
nicht alles Gold durch Königswasser aufgelöst, weil s
Legierung mit einer dichten Lage von Chlorsilber üb
Eine solche kann in einem Porcellantiegel mit dem 3fach
wicht reinen Bleies zusammengeschmolzen und dann mit S
säure behandelt werden, wobei sich alles Blei und Silbe
Zurücklassung des Goldes löst.

§. 78. Proben für sonstige Legierungen des G

Verfahren.

1. Goldhaltiges Wismuth und Blei werden en
direct abgetrieben oder bei sehr geringem Goldgehalte
verschlackt und mehrere Könige zu einem concentriert.

2. Goldhaltiges Zinn oxydiert man unter der
verschlackt 25 Pfund mit 16 Theilen Kornblei und 4 Theile
und treibt ab.

3. Goldhaltiges Eisen, Stahl oder Roheise
mit Salpetersäure oxydiert, die entstandene Flüssigkeit zur T
verdampft und die trockene Masse mit 8—12 Theilen K
2—3 Theilen Borax und 1 Theil Glas gut verschlackt &c

4. Goldhaltiges Quecksilber siedet man zu
nach vorheriger Destillation bei ganz allmählig steigender
peratur mit 8 Theilen Kornblei an.

5. Rhodiumhaltiges Gold schmilzt man mit 3—4
Silber, scheidet wie gewöhnlich mit Salpetersäure und a
das gut ausgesüsste und getrocknete Gold mit
saurem Kali oder Natron in einem Platin
glühenden Fluss, wobei sich
Entwicklung von schwefliger
rothen bis schwarzen Salze

löst. Die flüssige Salzmasse wird vom Golde abgegossen und die Schmelzung mit saurem schwefelsaurem Natron nochmals wiederholt, worauf sich das flüssige Salz nur noch wenig gefärbt zeigt. Nachdem dasselbe wieder abgegossen, kocht man das Gold einige Mal mit destilliertem Wasser aus, trocknet und glüht. Um von der völligen Entfernung des Rhodiums überzeugt zu sein, beschickt man das Gold nochmals mit dem 3fachen Silber und wiederholt das vorige Verfahren. Eine Spur Rhodium theilt dem sauren schwefelsauren Natron eine gelbliche Färbung, und bei Anwesenheit desselben erleidet das Goldkorn gegen die vorige Wägung einen Gewichtsverlust.

6. Iridiumhaltiges Gold löst man in Königswasser, wobei das Iridium als schwarzes Pulver zurückbleibt. Dasselbe wird ausgewässert und aus der verdünnten Goldlösung das Gold durch Eisenvitriol ausgefällt. Im californischen Golde findet es häufig Iridium.

7. Palladiumhaltiges Gold wird mit dem 3fachen Silber fein und wie eine Goldprobe behandelt, wobei das Palladium mit dem Silber in Lösung geht. Nachdem letzteres aus der verdünnten Lösung durch Kochsalz ausgeschieden worden, lässt man ersteres durch Zink metallisch ausfällen.

8. Platinhaltiges Gold ist beim Platin abgehandelt worden.

Sechster Abschnitt.

Proben auf Platin.

§. 79. Classification der Proben.

Die Proben auf Platin zerfallen in zwei Classen, einmal in Untersuchungen der Platinerze (Platinsand) auf den technisch Gehalt, dann in Untersuchungen von Legie-Gold, Silber und Kupfer.

Erstes Kapitel.

Untersuchung der Platinerze auf den technisch darstellbaren Platingehalt.

§. 80. Untersuchungsmethoden.

Allgemeines. Eine genaue Untersuchung der Platinerze wird durch die mit dem Platin zugleich vorkommenden Metalle so verwickelt, dass man sie nur mit Hülfe der analytischen Chemie ausführen kann. Dokimastische Proben auf den darstellbaren Platingehalt möchte der Deutsche Probierer nicht leicht in die Lage kommen, anstellen zu müssen; es mögen daher hier nur ganz kurz die Methoden angeführt werden, nach denen die technische Untersuchung eines Platinerzes vorzunehmen sein möchte.

Das selten auf der ursprünglichen Lagerstätte gefundene Platin kömmt gewöhnlich in Körnern im Schuttlande und den Sande der Flüsse vor, und zwar in Begleitung von Palladium, Rhodium, Osmium, Ruthenium, Eisen, Kupfer, Blei, bisweilen auch mit Silber, sowie im Gemenge mit Körnern von Osmiridium, Gold, Titaneisen, Chrom- und Magneteisenstein, Quarz, Zirkon, Spinell, Serpentin &c.

Erste Methode. 1. Die einfachste Art der Untersuchungen besteht darin, das Platinerz sofort — oder nachdem man zuvor eine Reinigung mit ihm vorgenommen, und zwar es je nach Erfordernis entweder geglühet hat, um vorhandene flüchtige Körper zu entfernen, oder indem man durch Digestion mit reiner Salzsäure Eisenoxyd weggelöst, oder durch den Magnet oder sonst mechanische Aufbereitung unhaltige Substanzen entfernt hat, — in einer Glasretorte mit concentrierter Salzsäure, der man etwas Salpetersäure zugegeben hat, zu übergiessen, die Retorte in ein Wasserbad zu stellen und von Zeit zu Zeit Salpetersäure zuzugiessen, sobald man ein Stossen bemerkt. Ist das Platinerz noch nicht zer- setzt man nochmals Salzsäure und Salpetersäure der Fall ist. Die zur Probe angewandten Sä- sein. Nicht aufgelöst werden Osmium-Irid-

umoxyd, ferner Körner von Titaneisen, Chromeisen, Quarz, ciothen &c. Man hat eine Vorlage angelegt, welche kalt ge- en werden muss; ist die in dieselbe übergegangene Säure aufgespritztem Platinchlorid gefärbt, so wird sie in die Re- zurückgegossen und nochmals vorsichtig abdestilliert, bis grösste Theil derselben, und nun zwar ungefärbt, übergе- ngen ist. Die Lösung in der Retorte wird abgegossen und Rückstand gut ausgewässert. Da zur Zersetzung des Platin- s oft sehr lange Zeit (selbst 3—4 Tage) erforderlich ist, so s man sich zur Sicherheit durch neues Königswasser, welches der neuen Digestion des ausgewaschenen Rückstandes nicht rbt werden darf, von der vollständigen Zersetzung des Erzes rzeugen, und wäre diese noch nicht erfolgt, die Behandlung Salzsäure und Salpetersäure wiederholen. Die gesammte, mit Aussüsswassern vereinte Lösung wird noch etwas mit Wasser dünnt und darauf so lange mit Kalkbrei versetzt, bis sie al- sch reagiert, wodurch Eisen, Rhodium und Iridium &c. gefällt den, nicht aber Platin, vorausgesetzt, dass die Fällung nicht im nenlichte geschieht; man muss sie daher Abends, oder doch Schatten vornehmen. Man filtriert und süsst gut aus. Die erte Flüssigkeit macht man mit Salzsäure sauer, engt sie sehr k ein und versetzt sie so lange mit Salmiaklösung, als noch Fällung von Platinsalmiak stattfindet. Um die vollständige lung des letzteren zu bewirken, setzt man Alkohol hinzu. r Platinsalmiak wird nun gesammelt, mit Alkohol ausgesüsst, ocknet, in einem Tiegel zuerst sehr langsam und mässig er- t und sodann scharf geglüht. Das in schwammigem Zustande altene metallische Platin wird verwogen.

2. Verfahren in der Petersburger Münze. Das Zweites Ver- zertheilte Erz wird mit 10—15 Theilen nach und nach fahren. gesetzten Königswassers aus 3 Theilen Salzsäure von 1,18 spec. w. und 1 Theil Salpetersäure von 1,34 spec. Gew. in Porcel- n 8—10 Stunden oder länger digeriert, bis vollständige g eingetreten man sich wie oben durch eine lung(tstandes mit Königs- rzeu

Nach Hess [1]) besteht die Kostbarkeit der Bearbeitung v
Platinerzen hauptsächlich darin, dass dieselben sehr schwi
von Königswasser angegriffen werden und zur Zersetzung
8—10fache Gewicht davon bedürfen. Um diesem Übelstande z
gegnen, schmilzt man das Erz mit dem 2—4fachen Zink zusam
pulvert und siebt den spröden Metallkönig und behandelt ih
fangs mit verdünnter, dann mit stärkerer Schwefelsäure, wi
den Rückstand aus, zieht durch Salpetersäure Eisen, Kupfer
Blei aus und wendet dann Königswasser an.

Die gewonnenen sämmtlichen Lösungen mit den Aus
wassern werden um wenigstens so viel, als die Aussüssw
betrugen, eingeengt und nun mit Salmiaklösung versetzt.
die Lösung zu stark eingedampft, so wird mit dem Platinsal
zugleich Iridium abgefällt, weshalb man zu starke Concentr
zu vermeiden hat. Der sich abscheidende Platinsalmiak wird
nächst mit etwas Wasser ausgesüsst, getrocknet und dann
oben geglüht und verwogen. Bei dieser Abscheidung des Pl
salmiaks hat der in der Lösung vorhandene grosse Übersch
von Salzsäure die gleichzeitige Abfällung fremder Met
namentlich die des Iridium, verhindert. Die mit den Wa
wassern zurückgebliebene Lösung vom Platinsalmiak wird
auf etwa $^1/_{12}$ eingeengt; beim Erkalten setzt sich Ammoni
Iridiumchlorid ab. (Dieses ist noch unrein und kann zur
winnung von Iridium benutzt werden.) Die übrige Flüssig
wird nun abgegossen und mit den Abspülwassern vom Irid
salmiak vollständig zur Trockne gedampft. Der hierdurch
gewonnene unreine Platinsalmiak wird wie oben durch Gl
zersetzt. Das dabei gewonnene Platin ist aber noch sehr un
es muss daher von neuem in Königswasser wie oben aufg
und nochmals mit Salmiak abgefällt werden. Das nach d
zweiten Behandlung noch gewonnene metallische Platin wird
wogen und sein Gewicht dem Gewichte des zuerst erhal
grösseren Theils des Platins noch hinzu gerechnet.

Die Rückstände von der Auflösung lassen sich
Fremy hinsichtlich ihrer Zusammensetzung in folgende

[1]) Dingler. polyt. Journ CXXXIII, 270.

theilen: Rückstand in Pulverform, ein Gemenge von Iridium
Rhodium; Rückstand in Flimmern, unter dem ungeeigneten
nen Osmiridium bekannt, ist eine Legierung von Iridium, Ruthe-
, Rhodium und Osmium; Rückstand in Körnern, haupt-
lich Rhodium, Osmium und Iridium.

Diese, das rohe Platinerz begleitenden, selteneren Metalle,
, Palladium, Iridium, Osmium und Rhodium, sind so kostbar,
man auch bei der technischen Gewinnung des Platins aus
n auf ihre Darstellung und Zugutemachung mehr oder weniger
Rücksicht nimmt. Es soll jedoch hier nur noch kürzlich über
Bestimmung des Goldes, welches das gediegene Platin nicht
n begleitet und in kleinen metallischen Körnern mit ihm
ömmt, die Rede sein. In Bezug auf die übrigen Metalle
s hier auf grössere Werke der analytischen und techni-
n Chemie verwiesen bleiben [1]).

Um die das Platin begleitende Menge des Goldes zu be- Goldbestim-
men, behandelt man mung.

a. entweder eine abgewogene Quantität (4—10 Probier-
ner) des Erzes in der Wärme mit einer Menge verdünnten
igswassers, welches neben einem kleinen Antheile Platin das
und viel Eisen auflösen wird. Die gewonnene Lösung wird
Salmiaklösung versetzt, wodurch sich das Platin nieder-
gt. Der Platinsalmiak wird abfiltriert und mit etwas Wasser
besser mit 75—80grädigem Alkohol ausgesüsst. Die zurück-
iebene Lösung wird mit den Aussüsswassern vorsichtig zur
kne gedampft und die trockene Masse im Tiegel bei mässig
ender Wärme erhitzt. Man schmilzt sie dann mit gleichem
doppeltem Gewichte Salpeter und Boraxglas bei sehr starkem
r zusammen, wodurch man das Gold zu einem Korne ge-
nolzen gewinnt, oder schmilzt sie mit Blei zusammen und
t dann auf der Capelle ab, wobei man noch Inquartations-
r zusetzen und dann eine weitere Probe auf Gold vornehmen
, um sicher zu sein, dass man das Gold rein erhält. Oder

) Gmelin's Chemie III., 714. zur Chemie der
Platinmetalle. Dorpat 1854. in der
chemischen Analyse, 1853, I

b. man zersetzt das Erz vollständig durch starkes K
wasser und dampft dann vorsichtig und bei mässiger W
zur Trockne ein, nachdem man vorher Salmiaklösung zug
hat. Der trockene Rückstand wird darauf so lange mit
hol von 0,84 spec. Gew. ausgezogen, bis dieser nicht me
färbt wird. Der Alkohol hat das Goldchlorid aufgelöst,
Lösung wird mit Eisenvitriol versetzt, nachdem sie vorh
Wasser verdünnt ist, wodurch sich das Gold als feines
absetzt, welches nun mit reiner Salzsäure digeriert, dar
sammelt, ausgesüsst, geglüht und gewogen wird, oder
schmilzt es sogleich mit etwas Blei zusammen, inquarti
Silber und nimmt nach dem Abtreiben die Scheidung m
petersäure vor, oder man schmilzt das Gold, nachdem das
verkohlt worden, in einem Sodapapiercylinder mit etwas
glas auf Kohle vor dem Löthrohr ein, und trennt sodan
Goldkorn von der Schlacke.

Da bei diesen Methoden der Goldbestimmung alles
in den Rückständen verbleibt, so kann man nach dem Aus
des Goldes diese weiter auf Platin untersuchen.

Zweites Kapitel.

Probierung Gold, Silber und Kup enthaltender Legierungen, in de Platin einen Bestandtheil au macht. [1])

§. 81. Untersuchungsmethoden.

Allgemeines. Da bis jetzt in den Künsten und Gewerben von Legie
dieser Art fast gar kein nützlicher Gebrauch gemacht wi
ist Platin wohl meist durch absichtlichen Betrug in

---

[1]) Man vergleiche ausser der in der Einleitun
Literatur noch Haindl, Scheider bei
Erdmann's Journal, Jahrg. 1837, Bd. I

erungen gebracht und man hat daher besonders bei rsuchungen von zu Münzen oder anderen Geräthschaften rbeitetem Silber und Golde einen Platingehalt beobachtet.

Es kommt nun zunächst auf die Erkennung an, ob Platin den Proben auf Silber und Gold vorhanden ist. Die dokiische Untersuchung selbst bietet mehrere Schwierigkeiten, zwar zum Theil, jedoch noch nicht vollständig, überden sind.

Platin mit Silber oder mit Silber und Kupfer.

Probierverfahren

Beim Abtreiben des Silbers geht das Treiben noch rig, wenn nicht mehr als 5 Procent Platin gegen das Silber anden sind. Die Regenbogenfarben zeigen sich, ohne jedoch ebhaft zu sein, wie bei einer gewöhnlichen Silberprobe. Ist ch $^1/_{10}$ Platin gegen das Silber vorhanden, so erfolgt kein k mehr; überhaupt ist das Blicken nie ganz vollständig, wenn nur die kleinste Menge Platin vorhanden ist. Wenn auch Menge des beigemischten Platins sehr gering ist, so erhält Metallkorn die Eigenschaft, auf der Oberfläche zu krystallien, die Ränder an ihm sind abgerundet und die Farbe ist hr mattweiss und zieht etwas ins Gelbe. Je grösser der Platinalt wird, um so auffallender zeigen sich diese Erscheinungen. dem sonst für Silberproben gewöhnlichen Feuergrade treibt Probe nicht gehörig mehr, wenn 1 Theil Platin auf 3 Theile ber vorhanden ist, das Treiben hört auf, ehe noch alles Blei schwunden ist, das Korn wird flach, die Oberfläche höckerig d erhält Auswüchse. Behandelt man ein platinhaltiges Silbern mit Salpetersäure, so wird, bedingt durch das Vorhandenn des Silbers, auch Platin aufgelöst. Diese Lösung zeigt in gewöhnlichen Fällen eine mehr oder weniger starke hgelbe Färbung. Tritt diese Färbung ein, so kann man mlich sicher auf das Vorhandensein von Platin schliessen; ch beobachtete schon Vauquelin bei einem äusserst gegen Platingehalte und Chaudet in einem einzelnen Falle, der Platingehalt war, dass die Lösung auch elöstem ndelhardt hat eob en Platinsilberverin S er eine gelbliche

Färbung erhält durch das Palladium, welches das häufig begleitet, oder auch eine braune Farbe annimmt, zugleich Gold gegen eine grosse Silbermenge zugegen i einiges Gold, wie auch nicht aufgelöstes Platin, so sehr fe rissen werden, dass sie in der Flüssigkeit suspendiert bl

Die dokimastische Untersuchung eines platinhaltigen kann wegen dieses Verhaltens des Platins nicht mit Salpete ausgeführt werden und man bedient sich dazu der concen ten Schwefelsäure, welche im Kochen das Silber voll auflöst und das Platin rein zurücklässt, vorausgesetzt, das Blei ganz vollständig auf der Capelle abgeschieden und das in solchem Verhältnisse vorhanden ist, dass es das Doppe Platins beträgt. Bei diesem Verhältnis steht dann auch da in Blattform wie bei den Goldproben zu erhalten. Ist v Silber vorhanden, so vermag die Schwefelsäure nicht rein vom Platin wegzulösen; ist das Silber in einem grö Verhältnis anwesend, so ist die Auflösung desselben zwa ständig, aber das Platin bleibt in Pulverform zurück, w schwieriger und unsicherer, als pulverförmiges Gold zu sa und zu wiegen ist, da es nicht, wie dieses, beim Glühen zusammenbackt. Um nun das Platin in Blattform zu er ist es nöthig, den Gehalt annähernd durch eine Vorp zu ermitteln, damit man für die Prüfung selbst das Ver von 2 : 1 zwischen Silber und Platin herstellen kann.

Vorprüfung.

Zu dieser Vorprüfung wird das platinhaltige Silb 2 Theilen reinen Silbers versetzt und auf der Capelle m erforderlichen Blei im hinteren, heissesten Theile eines ziehenden Muffelofens abgetrieben, das Metallkorn ausg und zweimal mit reiner Schwefelsäure von 1,85 spec. in einem Glaskolben gekocht, dann das zurückbleibende Pl mit Schwefelsäure, dann (nach Art der Goldprobe) mit Wass ständig ausgesüsst, im Tiegel getrocknet und geglüht, sodann gen. War Kupfer in der Legierung, so wird dieses gleichzeiti Abtreiben fortgeschafft und steht dessen Menge durch di Gewichtsdifferenz dokimastisch annähernd zu bestim

In Bezug auf die zum Abtreiben eines Platin enthaltenden Silbers erforderlichen Bleimengen ist zu

s, wenn gegen das Silber 1—8 Procent Platin vorhanden sind, e dieselben bleiben, wie bei gleichen Kupfermengen für die öhnlichen Silberproben (pag. 320). Enthält die Legierung in 0 Theilen weniger als 200 Theile Platin und 200 Theile fer, so genügt das 8—10fache ihres Gewichts Blei; sind Theile und mehr Kupfer und weniger als 200 Theile Platin anden, so müssen 14—16 Bleischweren (d. h. 14—16000 ile) genommen werden. Steigt aber der Platingehalt über Theile, so müssen ohne Rücksicht auf den Kupfergehalt Bleischweren genommen werden und muss ausser- n das erhaltene Korn noch zum zweiten Male mit dem lfachen seines Gewichts Blei sehr heiss abgetrieben werden. angegebenen Bleiverhältnisse sind auf die höchste Hitze eines Telofens berechnet, in dessen Hintergrunde bei diesen Proben Capellen stehen müssen. Bei allen platinhaltigen Verbin- gen wird durch die grossen Bleimengen und besonders durch höhere Hitze die Bestimmung des Silbergehalts bis auf die len Tausendtheile unsicher. Man stellt wegen der Streng- sigkeit des Platins die Proben gewöhnlich nur mit der ganzen r halben Mark des Probiergewichts für die Goldproben an.

Nachdem durch die Vorprüfung der Bestand annähernd **Hauptprüfung.** ittelt ist, wird von Neuem von der Legierung behufs der auen Probe abgewogen nnd nun beim Zusammenschmelzen Abtreiben das obige günstigste Verhältnis entweder durch n Zusatz von reinem Silber oder von reinem Platin herge- llt. Statt des Platins kann man auch reines Gold zusetzen, dieses ist noch zweckmässiger, weil dann das Ausplatten hter geht und das Abtreiben auch nicht so hohe Hitze nöthig cht. Das Gold bleibt dann beim Platin zurück. Hat man Gold zusetzen müssen, so kann man das Verhältnis des bers gegen das Platin-Gold etwas schwächer nehmen, doch ht unter 1½ Theile. (Vergl. noch das weiter unten bei Platin Gold und Silber Nachfolgende.) Das Metallkorn, welches ig bleifrei abgetrieben sein muss, weil sich sonst unlösliches hwefelsaures Bleioxyd bilden würde, wird nun, wie bei den Silberproben, unter mehreren Ausglühungen [illegible] und mit ner Schwefelsäure von 1,85 spec. [illegible] lang

gekocht, dann mit Schwefelsäure etwas abgewaschen und dara
nochmals mit neuer Schwefelsäure 7—8 Minuten lang das Koch
wiederholt, dann zuerst mit Schwefelsäure und zuletzt mit Wass
vollständig ausgesüsst, das Platin durch Umkehren des Kolbe
in einen kleinen Tiegel gebracht, getrocknet, geglüht und w
wogen. War Platin oder Gold zugesetzt, so wird dieses v
der Gehaltsangabe von dem gefundenen Gewichte abgezogen.

B. Platin mit Gold oder mit Gold und Kupfer.

Geringer Platingehalt.

Ist der Platingehalt gering, so kann er wohl bei der g
wöhnlichen Probe auf Gold übersehen werden, weil sich da
das Platin zugleich mit dem Silber vollständig in der Salpet
säure auflöst und auf eine richtige Goldbestimmung gar kein
Einfluss äussert. In diesem Falle kann man den Platingehalt
der salpetersauren Lösung auf zweifache Weise entdecken u
bestimmen. Man zersetzt dieselbe nämlich entweder mit Ko
salz, filtriert das Chlorsilber ab und süsst es aus, dampft
zurückbleibende Lösung nebst den Aussüsswassern nach Zus
von Salmiak zur Trockne ab, wäscht die trockene Masse m
Weingeist aus und zersetzt den gewonnenen Platinsalmiak dur
Glühen; oder man dampft die salpetersaure Silber-Platinlösu
sogleich zur Trockne, mengt das trockene Pulver mit Borax u
schmilzt es bei langsam steigender Hitze ein. Darauf behandel
man das gewonnene Silber-Platinkorn mit Schwefelsäure weit

Grösserer Platingehalt.

Wenn der Platingehalt gegen das Gold mehr als 3—4 Pr
cent beträgt, so wird derselbe durch mehrere Merkmale,
während des Verlaufs der Goldprobe erscheinen, sicher
gezeigt.

1. Beim Abtreiben ist ein höherer Feuergrad, als sonst
den Proben auf Gold erforderlich, damit die Proben fliessen
eine runde Form annehmen.

2. Die Probe gibt keinen Blick.

3. Die Oberfläche des Kornes ist krystallinisch oder ra
bei grösseren Mengen platt oder ausgebreitet formlos,
es matt und von mehr oder weniger grauweisser

4. Die Salpetersäure zeigt sich häufig gefärbt
pag. 385).

5. Das erhaltene Goldröllchen ist nicht rein goldgelb, sondern ssgelb bis gelbgrau.

Nachdem man das Vorhandensein einer grösseren Platinnge erkannt hat, so muss, wenn, wie meistens der Fall sein rd, auch Kupfer vorhanden ist, zunächst eine vorläufige Probe macht werden, um durch Cupellation den Gesammtgehalt der gierung an Gold und Platin zu erfahren. Sodann werden zwei ben angestellt, die eine, um genau den Gesammtgehalt an ld und Platin zu ermitteln, die andere bei Zusatz von Inartationssilber zur Bestimmung des Goldgehalts. Die Gewichts-Terenz des Resultats dieser beiden Proben zeigt die Grösse s Platingehalts an. Für die Proben ist zu bemerken, dass man m Abtreiben etwas mehr Blei zusetzen muss, als wenn kein tin zugegen ist (vid. pag. 387). Die Menge des Inquartationsmers wird so bestimmt, dass sie das 2½—3fache des Platindes beträgt, um das Gold in einem zusammenhängenden lichen zu erhalten. Aus diesem Grunde setzt man auch wohl genau gewogene Menge reines Gold zu, wenn das Platin hr als ⅓ des Goldgehalts beträgt. Das inquartierte und abriebene Metallkorn wird ausgeblecht und genau wie eine ldprobe (pag. 362) behandelt, wobei sich das Platin in der lpetersäure auflöst. Für das Abtreiben ist zu bemerken, dass n die Capelle kurz vor dem Blicken etwas rütteln muss, dasie erstarrt, sobald die letzten Bleitheilchen in die Capelle zogen sind. Man erzielt dadurch eine recht gleichförmige gierung und vermeidet, dass die Röllchen nicht vielleicht einigen Theilen mehr Platin enthalten, als in den übrigen. die Trennung des Platins vom Golde durch Salpetersäure auch nicht sogleich, und zwar um so weniger vollständig erdgt, je mehr Platin zugegen ist, so darf man das gewonnene Gold cht sogleich als platinfrei annehmen und berechnen. Es muss n neuem mit dem 2½—3fachen seines Gewichts goldfreien bers inquartiert, mit der erforderlichen Bleimenge abgetrieben er weiteren Behandlung mit S säure &c. unterworfen n. Hat es hierbei ni erloren, so war das ein; hat noch Ge löstes Platin sst, stattgefunden mit Silber

und das ganze Probierverfahren so oft wiederholt werden, bis zwei aufeinanderfolgende Arbeiten genau dasselbe Gewicht geben (welches bei einer grossen Platinmenge nach höchstens der 5. Quartation der Fall sein wird), da man nur hierdurch die Überzeugung gewinnt, dass alles Platin aufgelöst ist.

Anderweitige Scheidungsmethoden sind pag. 383 erwähnt.

C. Platin mit Gold, Silber und Kupfer.

Probierverfahren.

Das Vorhandensein des Platins wird in diesen Legierungen durch die bereits (p. 385) angegebenen Kennzeichen erkannt. Behufs der dokimastischen Untersuchungen müssen 3 Proben vorgenommen werden; bei der ersten bestimmt man den Kupfergehalt durch die Cupellation, bei der zweiten wird das Silber mittelst Schwefelsäure vom Platin weggelöst und bei der dritten wird das Platin gemeinschaftlich mit dem Silber durch Auflösung in Salpetersäure vom Golde abgetrennt.

Bei der Trennung des Silbers vom Golde und Platin mittelst reiner kochender concentrierter Schwefelsäure darf das Verhältniss von 2 Silber zu 1 Platin-Gold, wie es für die Trennung des Silbers vom Platin allein angegeben wurde, nicht angewendet werden, weil sich sonst kleine Mengen von Platin mit in die Schwefelsäure auflösen. Nach Versuchen hierüber von Chaudet und Haindl ist festgestellt, dass, um dieses Mitauflösen des Platin zu verhüten, Nachstehendes erforderlich ist:

a. ist die Menge des Goldes der des Platins gleich oder noch grösser, so darf das Silber nicht mehr als $1\frac{1}{4}$ vom Gewicht des Goldes und Platins zusammen betragen;

b. ist weniger Gold als Platin in der Legierung enthalten, auch nur der zehnte Theil desselben, so ist $1\frac{1}{2}$ Silber auf 1 Platingold nöthig.

c. Bei einem geringeren Goldgehalte als $\frac{1}{10}$ des Platins löst sich kein Platin mehr auf und es tritt wieder das Verhältniss von 2 : 1, wie bei der Scheidung des Silbers vom Platin ein. Eins dieser Verhältnisse muss nun vor der Behandlung mit Schwefelsäure hergestellt sein, wenn es nicht schon in der Legierung enthalten ist, und zwar je nach Erfordern durch einen verhältnismässigen Zusatz von reinem Silber oder reinem Gold.

it dem die Legierung zusammengeschmolzen und abgetrieben
ird. Im Übrigen verfährt man bei der Trennung des Silbers
m Platin-Golde ganz so, wie es für die Trennung des Silbers
m Platin pag. 385 angegeben worden. Bei der Probe, durch
elche Platin und Silber gemeinschaftlich in Salpetersäure vom
olde weggelöst werden, muss das obige Verhältnis von $2\frac{1}{2}$—3
eilen Silber gegen 1 Theil Platin-Gold beobachtet werden und
rfährt man dabei ganz so, wie für die Trennung des Platins
m Golde pag. 388 angegeben wurde. Ein höheres Verhältnis
s Silbers würde kein zusammenhängendes Goldröllchen ge-
innen lassen. Ist daher das Silber bereits in einem höheren
rhältnisse in der Legierung enthalten, so setzt man am besten
ne entsprechende und genau gewogene Goldmenge hinzu und
eht solche vom zuletzt gefundenen Goldgehalte wieder ab.

In Bezug auf die zum Abtreiben erforderlichen Bleimengen
zu bemerken, dass man solche, je nachdem Silber oder Gold
rherrscht, nach den für die Silber- oder für die Goldproben
ag. 320 und 387) angegebenen Verhältnissen wählt, aber stets
was mehr anwenden muss, als wenn kein Platin vorhanden
äre. Ausserdem muss man, wenn viel Platin vorhanden ist,
as beim Abtreiben erhaltene Korn noch einmal mit etwa dem
achen seines Gewichts Blei im heissesten Theile der äusserst
harf geheizten Muffel abtreiben, um alles Kupfer zu entfernen.

Aus diesen zu beobachtenden Verhältnissen erhellet, dass
enn eine Legierung von unbekannten Gehalten zur Probierung
rliegt, man erst vorläufige Proben anstellen muss, um durch
olche die Gehalte annähernd zu erfahren und danach für die
enauen Proben die Beschickungen regelrecht anfertigen zu können.
iese vorläufigen Proben müssen bestehen:

Vorläufige Proben.

1. in einem Abtreiben mit einer sehr reichlichen Blei-
enge, um durch den Verlust annähernd den Kupfergehalt zu
estimmen;

2. in einer Behandlung der Probe mit Schwefelsäur
man sie mit etwa 2 Theilen Silber zusamm
abgetrieben hat. Man erfährt hierdurch
lt an Silber und die ungefähre Summe d
Gold;

3. in einer Behandlung der Probe mit Salpetersäure, nachdem man sie mit 3 Gewichtsmengen Silber inquartiert und abgetrieben hat, um dadurch den ungefähren Goldgehalt zu ermitteln und dann durch Differenz den des Platins.

Nach Beendigung dieser vorläufigen Proben kann man die genaue dokimastische Untersuchung vornehmen, da man nun im Stande ist, die nöthigen Bleimengen für das Abtreiben richtig zu wählen und auch sowohl für die Behandlung mit Schwefelsäure, als auch für die mit Salpetersäure die erforderlichen richtigen Verhältnisse genau herzustellen. Man muss für jede dieser 3 Proben besondere Quantitäten der Legierung abwiegen, um allen Verlusten möglichst vorzubeugen und darf nicht etwa die Probe zur Bestimmung des Kupfergehalts auch noch zur Behandlung mit Schwefelsäure oder Salpetersäure benutzen.

Es ist bereits angeführt, dass alle dokimastischen Untersuchungen dieser platinhaltigen Legierungen noch nicht völlig überwundene Schwierigkeiten darbieten; man muss daher, wenn es in einem besondern Falle von Wichtigkeit ist, alle Gehalte bis auf die letzten Tausendtheile genau anzugeben, das Resultat der Probe dadurch controlieren, dass man einige der Legierung entsprechende Synthesen aus den einzelnen reinen Metallen zusammenwiegt und diese zur Controle und Berichtigung dieselben Verfahrungsarten durchmachen lässt, denen man die Legierung unterwirft.

D. Platin mit Gold, Silber, Kupfer, Iridium, Rhodium und Palladium.

Scheidungsmethode.

Kommen ausser dem Platin in Legierungen dieser Art noch Iridium und Rhodium vor, so reichen die angegebenen Verfahrungsarten nicht aus, da diese Metalle beim Golde zurückbleiben würden. Beide Metalle sind für sich unlöslich in allen Säuren und wird nur etwas von ihnen in Königswasser aufgelöst, wenn sie mit einer grossen Menge Platin legiert waren. Rhodium soll sich nach del Rio in Königswasser auflösen, wenn es mit einer grossen Menge Gold legiert war. Kandelhardt beobachtete diese Metalle in Russischen Dukaten, welche in kleinen Blättchen und Körnern enthielten; er gibt als Kennzei-

res Vorhandenseins die mit Hülfe eines Vergrösserungsglases kennbaren schwarzen Flecke auf der Oberfläche der abgebenen Körner und der Goldröllchen an, die sogar bisweilen fgeplatzt erscheint und ein schwarzes Pulver unter der Auftzung erblicken lässt. Man kann Legierungen dieser Art auf e Weise untersuchen, dass man sie mit Königswasser völlig rsetzt; das Silber bleibt als Chlorsilber neben fast allem idium und Rhodium zurück. Der Rückstand wird mit Ätzmmoniak behandelt, welches nur das Chlorsilber auflöst; diese sung kann zur Trockne gedampft und weiter zur Silberbestimung behandelt werden. Die Auflösung in Königswasser wird ebst den Aussüsswassern vom Rückstande mit Salmiaklösung rsetzt und sehr stark eingeengt, der gebildete Platinsalmiak filtriert und vollständig mit Alkohol von 0,84 specif. Gewichte sgesüsst; dieser löst das Gold und das Kupfer weg. Die mit Wasser verdünnte alkoholische Lösung wird mit reinem, frisch reitetem oder doch oxydfreiem Eisenvitriol versetzt, wodurch as Gold metallisch abgefällt wird. Aus der zuletzt übrig gebliebenen Flüssigkeit kann nun das Kupfer durch Eisen metallisch niedergeschlagen werden.

Palladium hat wenigstens auf die Bestimmung des Goldhalts keinen nachtheiligen Einfluss.

Siebenter Abschnitt.

Proben auf Quecksilber.

§. 82. Allgemeines.

Ausser den Producten der Amalgan — do- Erze.
mastischen Untersuchung hauptsächli — k-
silber, zuweilen mit etwas Silber; — l
34,8 Silber und 65,2 Quecksilber
und 73,8 Quecksilber; Zinnober

und dessen Gemenge mit Kohle und erdigen Theilen als (
silberlebererz; quecksilberhaltige Fahlerze (

Theorie der Proben.

Die Bestimmung des Quecksilbergehaltes kann auf tro
und auf theilweise oder ganz nassem Wege geschehen.

Alle Proben, den Quecksilbergehalt auf trockenem
zu bestimmen, gründen sich darauf, dass man das entwede
freie oder bei der Untersuchung aus seiner Verbindung
ausscheidende Quecksilber abdestillieren, condensieren
fangen kann.

Das gewonnene Quecksilber ist zwar nie chemis
aber die Verunreinigungen sind bei richtig geleiteter O
so gering, dass sie für die dokimastische Probe verna
werden können.

Bei weitem der grösste Theil des Quecksilbers, welc
Hüttenmann erzeugt, wird aus Erzen gewonnen, welche
als Zinnober enthalten; nur ein kleiner Theil findet s
diegen, noch seltener legiert. Andere natürliche
dungen des Quecksilbers, welche den Hüttenmann inter
könnten, sind selten; sie würden in Bezug auf eine e
ihnen vorzunehmende Probe im Allgemeinen der Probier
für Zinnober folgen.

Erstes Kapitel.

Quecksilberproben auf trocke Wege.

§. 83. Proben für geschwefelte oder chlor Quecksilberverbindungen.

Beschickung.

1. Reichere Zinnobererze. Da die geschw
Quecksilberverbindungen durch kohlensaure fixe Alkalie
Ätzalkalien bei angehender Rothgluth zersetzt werden, so
am zweckmässigsten, das zu untersuchende Erz (8—10
Civilgewicht) mit etwa ½, oder dem gleichen Gewichte,
noch etwas mehr Soda, Pottasche, schwarzem Fluss &c.

ermengt der Destillation zu unterwerfen. Die Zersetzung erfolgt ann schon in einer mässig starken Rothgluth, bei welcher sich nnober noch nicht unzersetzt sublimiert. Quecksilberchlorür nd Chlorid, auch Bromür und Bromid, werden jedoch theilweise f diese Art unzersetzt verflüchtigt, wenn man die für diesen ll nöthige Vorsicht unterlassen hat, das Erz mit Soda &c. auf s innigste zu vermengen, indem man beide mit Wasser vorher nau zusammenreibt und wieder trocknet. Sollte man daher B. in dem zu untersuchenden Erze Quecksilberhornerz rmuthen, so hat man hierauf Rücksicht zu nehmen.

Statt der Alkalien kann das Erz auch, jedoch weniger gut, it 25—50 Proc. Eisenfeile, oder ½ bis gleichem Gewicht kohlenurer Kalkerde, oder Ätzkalk vermengt werden; in letzterem alle setzt man der leichteren Reduction wegen 10—15 Proc. ohlenstaub zu. In beiden Fällen wird eine Zersetzung bewirkt, doch nur bei höherer Temperatur, in starker Rothglühhitze bis ngehender Weissgluth, wobei sich leicht Zinnober unzersetzt mit erflüchtigt. Dies geschieht nicht bei Anwendung eines Gemenges von Ätznatron und Ätzkalk, welches nicht, wie die Alalien allein, schmilzt.

Kohle allein zersetzt schon das Schwefelquecksilber, indem ich Schwefelkohlenstoff erzeugt. Zu einer Probiermethode ist ber diese Zersetzung deshalb unbrauchbar, weil sie erst in iner Temperatur beginnt, bei der sich ein grosser Theil Zinnober nzersetzt verflüchtigt.

Bei Anwendung von Eisenfeile bildet sich ganz einfach metallisches Quecksilber und Schwefeleisen.

Bei Anwendung von fixen Alkalien und alkalischen Erden erzeugt sich durch den Sauerstoff derselben mit einem Theile des Schwefels im Zinnober Schwefelsäure und das frei gewordene Alkali- oder Erdenmetall nimmt einen andern Theil Schwefel des Zinnobers an sich. Es bildet sich also bei Anwendung von Pottasche z. B., unter Entwickelung von Kohlensäure, schwefelsaures Kali und Schwefelkalium und, war Kohle genug gleichzeitig vorhanden, aus · uren Kali wieder Schwefelkalium.

Die Destillation gesc ernen Destillation.

Retorten oder Röhren, welche nöthigenfalls vorher mit einem Glasflusse überzogen sind. Wendet man alkalische Zusätze, und zwar in etwas reichlicher Menge an, so kann man sehr zweckmässig auch eiserne Retorten benutzen, die man von aussen mit Thon beschlägt. Nach der Operation lässt sich der Inhalt in ihnen mit Wasser aufweichen. Die eisernen Retorten werden zwar etwas angegriffen, gewähren aber den Vortheil, dass sie für die Quecksilbergase vollkommen undurchdringlich sind. Man lässt sie zweckmässig so giessen, dass der Hals abgeschroben werden kann.

Nach dem Einfüllen des gemengten und beschickten Probegutes wird solches am besten noch mit einer Schicht des Zusatzes überdeckt und der Hals der Retorte oder der leere Theil der Röhre sorgsam von allem etwa Anhaftenden gereinigt.

Man nimmt zu den Proben gern eine etwas grössere Quantität, 8—100 Loth Civilgewicht, und zwar bei den ärmsten Quecksilbererzen gern die grösste Gewichtsmenge.

Der bei der Destillation sich entwickelnden fremden Gasarten wegen darf die Vorlage nicht luftdicht mit der Retorte oder Röhre verbunden werden. Um dagegen die Quecksilberdämpfe schnell und vollständig zu condensieren, umwickelt man das Ende des Retortenhalses mit einem feucht zu haltenden, sehr breiten Papier- oder Leinwandstreifen und lässt die dadurch gebildete röhrenartige Verlängerung in das Wasser tauchen, mit dem stets die Vorlage bei den Quecksilberproben zum Theil angefüllt sein muss. Den Retortenhals selbst bis in das Wasser gehen zu lassen, ist deshalb nicht thunlich, weil dann bei einem Abnehmen der Temperatur der Retorte das Wasser in solcher in die Höhe steigen könnte. Als Vorlage kann ein beliebiges Gefäss dienen, etwa ein Becherglas, Zuckerglas oder dergleichen. Man wendet auch wohl leinene nasse Säcke, welche um das Ende der Röhre oder des Retortenhalzes gebunden sind und in Wasser eintauchen, als Vorlage an. Das Wasser in der Vorlage muss kalt erhalten werden. Sehr zweckmässig ist auch das Liebig'sche Kühlrohr (Taf. IV. Fig. 88) anzuwenden.

Die Destillation kann bei langsam steigender Hitze in jedem passenden Ofen vorgenommen werden, wenn er die erforderliche

itze erzeugt und sich solche leicht in ihm regulieren lässt. immt man die Destillation in einer Retorte vor, so hat man ahin zu sehen, dass nicht blos Boden und Seitenwände, sondern ch der obere Theil genügend erwärmt werde. Die Höhe der gebenden Hitze richtet sich nach dem gewählten Zuschlage. f den Hüttenwerken, wo viele Quecksilberproben zu fertigen nd, hat man wohl einen besonderen kleinen Flammofen ein-richtet, welcher bis 26 Proben gleichzeitig anzustellen erlaubt. n solcher zu Idria gebräuchlicher Ofen [1]) ist pag. 43 be-hrieben und durch die Fig. 38—40, Taf. III. dargestellt.

Die Destillation ist beendigt, wenn sich keine neuen Queck-lbertropfen mehr in der Vorlage bilden.

Das ausgeschiedene Quecksilber hat sich meist vollständig der Vorlage angesammelt, doch können noch vereinzelte röpfchen im Halse der Retorte hängen. Man sucht dieselben urch leichtes Klopfen abfliessen zu lassen, doch muss man noch en Hals mit der Fahne einer Feder sehr sorgfältig auskehren, n jeden Rest zu sammeln. Sollte das gewonnene Quecksilber cht sogleich vollständig gut zusammenfliessen, so braucht man nur mit Wasser einmal leicht aufkochen zu lassen.

Die letzen Reste des anhaftenden Wassers werden mit öschpapier oder gebranntem Kalk weggenommen, oder durch erdunstung bei 30—50° C. entfernt, worauf man das Quecksilber einem leichten, tarierten Glasgefässe auf die Waage bringt.

Sehr sorgfältig hat man sich bei den Proben vor Verlust Quecksilber durch Verzettelung oder aus ähnlichen Ursachen hüten. Bei nicht gehöriger Achtsamkeit sind kleine Verluste r Art am gewöhnlichsten die Veranlassung zu ungenauen und schen Resultaten.

Grosse Irrthümer könnten daraus entspringen, wenn man torten und Röhren benutzte, welche Quecksilberdämpfe durch-sen.

Die Probe wird als gerathen angesehen. ltung r gegebenen Vorschriften die Resultate v obe

[1]) Ann. d. min. 1. livr. de 1854, pag. 7
1854, Nr. 44.

nahe stimmen und sich in der Röhre oder im Halse der Retort unzersetzter Zinnober angesetzt hat, welches letztere jedoch bei schlechter Vermengung des Erzes mit dem Reductions oder, war Kalk oder Eisenfeile angewandt, bei zu rapider Entwickelung der Fall sein kann.

Die angegebene Probiermethode hat wenigstens einen so Grad von Genauigkeit, dass sie sehr gut zur Controle des H betriebes oder zur Werthbestimmung eines Erzes dienen Die Erfahrung hat gezeigt, dass sie den Gehalt gewöhnlich etwas niedriger angibt, als er in Wahrheit ist; doch sin Quecksilberproben ebenso verlässig, als manche andere Metallp z. B. die Blei- oder Zinnprobe. Je mehr der Quecksilber sinkt, desto unzuverlässiger werden die Proben. Bei 1— Quecksilber entfernt sich der gefundene Gehalt von dem lichen schon bedeutend. Die Gehalte werden wohl b ¼ Proc. ausgewogen, obgleich die Proben keineswegs m zu dieser Grenze verlässig sind. Die Probe mit Anwendu ½ bis gleichen Theilen schwarzen Flusses möchte die v lichste sein, weil man bei ihr der vollständigen Zersetzu Erzes und zwar schon in mässig starker Rothgluth am r versichert sein kann.

erfahren n Idria.

Man nimmt von jeder Post 8 Proben, jede zu 1 P centner (¼ Pfund Civilgewicht), beschickt dieselben m Löffel gepulvertem Kalk und füllt die Proben in 8 eiserne R eines Galeerenofens (pag. 397). An diese fügt man di lagen, lutiert den Zwischenraum zwischen beiden sorgfält erhitzt Da erfahrungsmässig die dem Feuerraum un Fuchse näher gelegenen Röhren ein geringeres Quecksill bringen geben, als die mittleren, so lässt man erstere un Sobald die leeren Röhren stark rothglühen, ist der Proc endigt. Man kühlt die Vorlagen nicht ab. Das erhaltene silber wird von jeder Probe gewogen und von den 8 der Durchschnitt genommen. Der gefundene Quecksil ist nur ein annähernder. Zur Bestimmung der Grö lustes an Quecksilber hat Glowacky [1]) Mi

[1]) Huyot in Ann. d. min. 1. livr. de 1854, pag. 3 hüttenm. Ztg. 1854, Nr. 44, pag. 357.

etallischem Quecksilber und Schwefel gemacht und dieselben er Destillation mit Kalk unterworfen. Dabei wurden folgende esultate erhalten:

nzahl der Versuche	Von 100 Pfund, welche an Quecksilber enthielten Pfund	Erhielt man im günstigsten Falle Procent	Erhielt man im ungünstigsten Falle Procent
1	0,01—0,1	47	0
2	0,1—0,2	59	41
3	0,2—0,5	91	62
4	0,5— 6	93	86
5	6—24	98	95
6	24—48	98	96
7	48—86	97	95

Erze mit 1—4 Procent Quecksilber geben hiernach den Ge- lt nur sehr entfernt an.

Es ist in dem Obigen vorausgesetzt, dass das zu unter- hende Erz, wie dieses in den allermeisten Fällen auch wirklich r Fall ist, nicht mit fremden flüchtigen Körpern gemengt ist, elche sich gleichzeitig mit dem metallischen Quecksilber ent- ckeln würden. Enthält aber das zu untersuchende Erz Arsen, hwefelarsen oder dergl., so muss das Probierverfahren modifi- rt werden. **Berthier's Modification bei einem Gehalt an Arsen &c.**

Berthier, dem ein Arsen, rothes Schwefelarsen &c. und nnober enthaltendes Erz von Huanca-Vélica in Peru zur tersuchung vorkam, fand [1]) nach mehrfach abgeänderten ver- blichen Versuchen folgendes Verfahren zu dessen Untersuchung f Quecksilber am geeignetsten.

Das Erz wurde mit dem 4—5fachen seines Gewichts Blei- lle in einer Retorte erhitzt. Aus der Glätte, dem Schwefel- en &c. bildet sich eine schmelzbare schlackenförmige Masse, hrend der Zinnober sich in schweflige Säure und metallisches ecksilber zersetzt. Das Quecksilber verflüchtigt sich vollstän- einer mässigen l sammelt sich im vordern Re- alse und in d orsicht, welche man

d min, sfreund V, p. 127.

zum Gelingen der Probe beachten muss, besteht darin, Thon- oder Glasretorte nur allmählig und nur mässig z hitzen, um zu verhindern, dass sie nicht durch die zerfres Wirkung der Glätte durchlöchert wird, bevor die Operati Ende ist.

Probiermethode.

2. Sehr arme Zinnobererze. Wenn das Probi an Quecksilber äusserst arm ist, so wird das gewöhnliche Pr verfahren etwas unbequem und unsicher wegen der gr Menge, welche man dann bei der Probe der Destillation werfen muss. Für diesen Fall fand es Berthier [1]) angez ner, das Probiergut mit Königswasser zu digerieren, gut auszus sämmtliche Flüssigkeiten zur Trockne zu dampfen und s die eingetrocknete Masse, welche alles Quecksilber als C enthält, auf trockenem Wege weiter zu behandeln. Er dass, wenn man Quecksilberchlorid (Ätzsublimat) mit Ble erhitzt, sich solches, ohne Veränderung zu erleiden, verflü Wenn man neben der Bleiglätte noch Kohlenstaub zusetzt wenn man statt derselben metallisches Blei, selbst in gr Überschüsse, nimmt, so wird das Chlorid zu Chlorür red welches sich verflüchtigt, aber es erzeugt sich dabei nic kleinste Quecksilbertropfen. Das beste Reductionsmittel f in der eingetrockneten Masse enthaltene Quecksilberchlo schwarzer Fluss, von dem man eine dreifache Gewichts anwendet und zwar mit der pag. 395 angegebenen Vor massregel, um die Sublimation unzersetzten Chlorids z hindern. Da die der Destillation zu unterwerfende Masse die Behandlung mit Königswasser und das nachfolgend dampfen sehr verringert ist und zu der Zersetzung jetzt hohe Hitze erforderlich wird, so kann man die Destillation i Glasretorte vornehmen. Wenn die Gangart bei dem arme biergute ein Kalkstein ist, so löst man allen Kalk vor d handlung mit Königswasser durch mässig starke Essigsäure

Nach dieser Methode kann man noch die kleinsten Q

[1]) Ann. d. min., 4. sér., T. III., pag. 820. — Bergwerksfreund pag. 430.

berspuren in einem Erze oder Amalgamationsproducte nach-
eisen und ihrem Gewichte nach bestimmen.

§. 84. Proben für gediegen Quecksilber oder Amalgame.

Verfahren.

Gediegen Quecksilber oder Amalgam kann man
ne Zuschlag unmittelbar der Destillation unterwerfen. Da das
ecksilber bei 360° C. siedet und überdestilliert, so bedarf es
diesem Falle nur einer um etwas höheren Temperatur, die
doch lange genug anhalten muss, um auch das Innere der
torte genügend zu durchdringen.

Kommen künstiche Amalgame auf ihren abscheid-
ren Quecksilbergehalt zur Untersuchung, so unterwirft man
lche ebenfalls ohne weiteren Zusatz der Destillation. Von
nen wird jedoch nur eine geringe Menge, einige Loth Civil-
wicht und noch weniger, zur Probe eingewogen. Man kann
i diesen Amalgamen die Destillation in gläsernen Retorten
rnehmen; zweckmässiger sind jedoch kleine eiserne Retorten,
ren Hals abgeschroben werden kann.

Zweites Kapitel.

Quecksilberproben auf nassem Wege.

§. 85. Titrierproben.

Allgemeines.

Es sind Titriermethoden zur Bestimmung des Quecksilbers
n Hempel [1]) und Liebig [2]) angegeben, welche aber keine
gemeine Anwendung zulassen. Hempels Methode erfordert
Mitwirkung des Lichtes; Liebigs Methode setzt die Ab-
senheit gewisser Metalle voraus.

---

[1]) Mohr, Titrierbuch 1855, pag. 241.
[2]) Ann. d. Chem. u. Pharm. LXXXV., 289.

Achter Abschnitt.

Proben auf Antimon.

§. 86. Allgemeines.

Zweck der Proben.

Das Grauspiessglanzerz, $Sb_2 S_3$, mit 72,8 Antimon, das einzige Erz, welches der Hüttenmann entweder zur Abs gerung von Schwefelantimon oder seltener zur Darstell von metallischem Antimon benutzt, da sowohl das r Schwefelantimon (Antimonium crudum), als auch das m tallische Antimon (Regulus antimonii) Handelswaare ist

Die dokimastischen Antimonerzproben beschränken s danach auf die Bestimmung des Gehalts der Erze an Schwef antimon und an metallischem Antimon. Sie liefern Resulta welche zwar zur Controle des Hüttenbetriebes oder zur A schätzung des Werths eines Antimonerzes dienen können, a bis auf mindestens einige Procente ungenau sind. So wissen werth der Gehalt an Antimon in Silber-, Blei-, Kupfer- u anderen Erzen, so wie in manchen Hüttenproducten, z. B. Werk blei, Abstrich, Steinen, Schlacken &c., dem Hüttenmann auch häu ist, so muss er doch auf eine Quantitätsbestimmung in diese und ähnlichen Körpern durch eine hüttenmännische Probe v zichten, da solche bis jetzt nur durch die Analyse möglich

§. 87. Proben auf Schwefelantimon.

Theorie.

1. Saigerprobe. Gewöhnlich kömmt das Grauspiessglanz mit sehr strengflüssigen Gangarten und erdigen Mineralien (Gne Quarz, Thonschiefer, Talkschiefer, Kalk &c.) vor. Schwefelan mon ist schon bei mässiger Rothgluth schmelzbar und wird dabe wenn keine Luft zutreten kann, nicht verändert. Bei Weissglu lässt sich dasselbe unverändert sublimieren. Die Probe a Schwefelantimon besteht nun, wie die Gewinnung desselben i Grossen, in einem Absaigern desselben aus den Lager- un Ganggesteinen, welche es eingewachsen oder eingesprengt en

Verfahren.

halten. Man bedient sich zu dieser Arbeit zweier Töpfe od

hmelztiegel, von denen der eine, welcher das Erz aufnehmen
l, am Boden durchlöchert ist. Man muss eine grössere Menge
s Probierguts, bis 100 Loth Civilgewicht, zu einer Probe be-
tzen, weil es nöthig ist, dass das Erz in Hassel- bis Wallnuss
ssen Stücken verwendet wird und sich deshalb bei einer
einen Menge keine richtige Durchschnittsprobe vom Erze nehmen
sen würde. Der durchlöcherte Tiegel oder Topf wird in einen
eiten so eingestellt, dass zwischen den beiden Böden derselben
genügender Raum zur Aufnahme des abzusaigernden Schwefel-
imons entsteht. Der obere Tiegel wird mit einem genau
liessenden Thondeckel versehen und die Fugen desselben,
e auch die Fugen zwischen beiden Tiegeln, gut mit Lehm oder
on verstrichen. Nachdem man den unteren Tiegel in eine
rtiefung (etwa in die eines gewöhnlichen Feuerherdes) bis
t an seinen Rand eingelassen hat, wird er mit festge-
mpfter Asche oder Sand umgeben, so dass er durch diese
hl gehalten bleibt. Der obere Tiegel wird mit Holzkohlen um-
hüttet, welche man nach und nach anbrennen lässt. Eine
ittlere Rothgluth ist hinreichend, damit das Schwefelantimon
hmilzt, sich absaigert und im Untersatze ansammelt. Man hat
rauf zu sehen, dass die Temperatur hoch genug wird (wenn
ie Zugluft fehlt, kann man mit einem kleinen Handblasebalge
was nachhelfen) und eine genügend lange Zeit anhält, weil
st Schwefelantimon zurück bleibt. Ist die Temperatur zu hoch
er der Untersatz nicht tief genug in den Sand gestellt, so kann
h Schwefelantimon verflüchtigen. Wenn das Erz in zu kleinen
cken angewandt wird, so schmilzt das Schwefelantimon zwar,
r es kann dann entweder gar nicht, oder nicht gehörig ab-
gern und backt mit den Gangarten zusammen. Sind die Fugen
t gut verstrichen, so tritt theilweise Röstung ein und es wird
hr oder weniger antimonige Säure gebildet. Nach dem Er-
en werden die Tiegel auseinander genommen, das Schwefel-
imon, da es spröde ist, sehr sorgfältig aus dem Untersatze
schlagen und verwogen.

No eine hüttenmännische An[illegible] des Schwefel-
ons besteht, kann man fü[illegible] der
ssaigergefässe mit dem Probie[illegible]

beim grossen Betriebe mit aussaigern und abgesondert v
wiegen.

Verfahren. 2. Probe auf nassem Wege. Wenn die Gangart
welche das Schwefelantimon enthalten, durch Chlorwasserst
säure nicht angegriffen werden, so kann man die Probe n
genauer und mit den für dokimastische Proben gewöhnlich
Gewichtsquantitäten anstellen. Das fein aufgeriebene Erz w
dann so lange mit Salzsäure digeriert, bis sich kein Ge
nach Schwefelwasserstoff mehr entwickelt, also alles Schwe
antimon zersetzt und aufgelöst ist. Die Lösung wird abfilt
und der Rückstand mit stark durch Salzsäure oder Weinst
säure angesäuertem Wasser oder Weingeist, damit sich k
Algarothpulver bildet und dann ungelöst bleibt, gut ausgesü
hierauf trocknet und wiegt man den Rückstand. Der Gewich
verlust gibt die Menge des Schwefelantimons an.

Da die Zusammensetzung des reinen Schwefelantimons g
nau bekannt ist und man weiss, dass dieses in 100 Theilen a
27,23 Schwefel und 72,77 Antimon besteht, so kann man, sob
die obige Voraussetzung des Nichtangegriffenwerdens der m
Schwefelantimon begleitenden Mineralien durch das Vorkom
erfüllt wird, auch die Probe auf metallisches Antimon nach die
Methode sicherer anstellen, als nach den Methoden, welche je
für diese Proben angegeben werden sollen.

§. 88. Proben auf metallisches Antimon.

Allgemeines. Das metallische Antimon (Regulus antimonii[1]) wird entwed
aus dem bereits durch Saigerung abgeschiedenen Schwefelan
mon oder unmittelbar aus den Erzen hüttenmännisch gewonne
Ein reines Schwefelantimon der dokimastischen Prüfung zu unte
werfen, ist überflüssig, da dessen Zusammensetzung bekannt i
Bei der hüttenmännischen Zugutemachung pflegt jedoch aus d

---

[1]) Das Antimon spielte bei den Alchymisten eine Hauptrolle, sei
Dämpfe machen das geschmeidige Gold spröde &c. Deshalb schr
man ihm eine königliche Abstammung zu und nannte es einen klein
König, regulus. Dann gieng dieser Ausdruck auch auf ande
Metalle &c. über.

ht über 44—55 Procent metallisches Antimon ausgebracht zu rden.

Sollen Schwefelantimon enthaltende Erze auf den Gehalt an tallischem Antimon untersucht werden und werden die bei- chenden Mineralien durch Salzsäure angegriffen, so dass n die oben angegebene Methode nicht benutzen kann, so sind diesen Fall zwei Methoden bekannt; nach der ersten werden Erze vor der Beschickung abgeröstet, bei der zweiten wird Probe ungeröstet beschickt.

Verfahren.

1. Röstreductionsprobe. Durch die Röstung wird weichende schweflige Säure und antimonige Säure gebildet. Röstung erfordert viel Sorgfalt und Geduld, um einen Ver- t durch Verflüchtigung zu vermeiden und ein Weichwerden r Schmelzen der Probe zu verhüten. Die Hitze darf, beson- s anfänglich, die braune Rothgluth kaum erreichen. Man n die Röstpost (mit einem thönernen Pfeifenstiele oder Glas- be) fortwährend umrühren. Kohlenstaub darf bei der Röstung ht zugesetzt werden. Es ist für das Gerathen der Probe rlässlich, dass aller Schwefel entfernt wird, da alles zurück- ibende Schwefelantimon bei der nachfolgenden Schmelzung weder gar nicht oder nur unvollständig zerlegt wird; man f daher die Röstung erst dann als beendigt ansehen, wenn h in etwas stärkerer Hitze keine schweflige Säure mehr ent- kelt und alles Schwefelantimon in ein lockeres, weiss- oder blichgraues Pulver verwandelt ist. Dieses enthält nie hwefelsäure. Die antimonige Säure wird leicht durch Kohle ciert. Man kann diese Reduction entweder

a. ganz nach Art wie bei einem Bleioxyd enthaltenden iergute in mässiger Hitze vornehmen, indem man das ge- te Antimonerz mit 1—3 Gewichtsmengen schwarzen Flusses einem diesem gleichwirkenden Gemenge von Pottasche und und starker Kochsalz- oder Pottaschendecke im Thontiegel ilzt, auch kann man dabei noch bis 25 Procent Boraxglas tzen, oder man wendet

gar kein Flussmittel an. ete Probe in n Kohlentiegel, feuchtet s gel chst mit einem Kohlendeck el,

lutiert ihn und setzt ihn eine Stunde lang einer schnell e
zeugten Weissgluth aus. Diese letzte Art der Reduction ist
dokimastische Methode wenig zu empfehlen, sie ist dem Ve
fahren im Grossen nachgebildet, wird mit Quantitäten bis 25 L
Civilgewicht angestellt und kann nur zur Controle des hütte
männischen Verfahrens dienen.

Bei der ersten Art der Reduction lässt es sich nicht vö
vermeiden, dass etwas Antimonoxyd in den Schlacken zurü
bleibt. Da sich bei beiden Reductionsmethoden eine Verflü
gung des Antimons nicht ganz verhüten lässt, ausserdem
der Röstung sich stets etwas oxydiertes Antimon verflüchtigt
wird bei beiden Reductionsmethoden kaum über 64—65 Pro
metallisches Antimon aus 100 Schwefelantimon ausgebracht.

Theorie. 2. Niederschlagsprobe. Kohlensaure Alkalien v
mögen beim Schmelzen das Schwefelantimon nicht vollstä
zu zerlegen; es bildet sich Schwefelalkali, welches mit noch
zersetztem Schwefelantimon zu einem Schwefelsalze ($NaS + S$
S_3, oder $KS + Sb_2 S_3$) zusammentritt, und eine Verbind
von Antimonoxyd mit dem Alkali. Setzt man dem Alkali
zu oder wendet man schwarzen Fluss an, so scheidet sich
metallisches Antimon ab, aber die Schlacken halten n
dem Schwefelalkali Schwefelantimon zurück. Durch metallisch
Eisen wird dem Schwefelantimon leicht der Schwefel entz
und metallisches Antimon abgeschieden. Wird jedoch kein
kalisches Flussmittel zugesetzt, so ist zu dieser Zersetzung e
so hohe Temperatur erforderlich, dass dabei eine starke V

Verfahren. flüchtigung von Antimon nicht zu vermeiden steht. Man wen
daher zu der dokimastischen Probe auf Antimon metallisches Ei
(kein Roheisen, da dieses nicht so gut und schnell die Zerlegung b
wirkt) neben schwarzem Flusse oder einem gleichwirkenden G
menge von Pottasche und Mehl an und behandelt die Probe be
Schmelzen ganz wie eine entsprechende Probe auf Blei, nur g
man nicht ganz so starke Hitze und eine sehr starke Kochsalzdec
um durch letztere noch die Verflüchtigung des Antimons zu v
ringern. Wenn man bei dieser Probe mehr Eisen zusetzt,
zur Bildung des ersten Schwefeleisens (Fe S) erforderlich
so erhält man von dem überschüssigen Eisen eine Legieru

sselben mit dem Antimon. Dieses ist besonders dann der
ll, wenn man das Eisen im feinvertheilten Zustande, als Feil-
ihne &c. anwendet, weniger, wenn man es als zusammen-
ngendes Drahtstück benutzt, von dem ein Theil des Überschusses
zurückbleiben wird. Um daher ein möglichst reines Antimon
gewinnen, darf man bei der Probe nicht mehr als 42 Theile
sen gegen 100 Theile Schwefelantimon zusetzen. Man kann
s metallische Eisen durch eine entsprechende Menge Hammer-
hlag ersetzen. Von dem schwarzen Flusse kann man gleiches
3faches Gewicht des Probiergutes nehmen, auch wohl 25 Proc.
sselben Boraxglas zuschlagen. Es ist gut, das Eisen in fein-
rtheiltem Zustande und frei von Rost anzuwenden, weil sich
cht etwas Antimon verflüchtigen kann, ehe ein zusammen-
ngendes Drahtstück durch und durch angegriffen wird. Bei
em zu hohen Zusatze von Eisenfeile lässt sich aus 100 Pfund
nen Schwefelantimons leicht ein stark eisenhaltiges Antimon-
rn von 78—80 Pfund und mehr erzeugen, aber wenn man
ch das obige richtige Verhältnis nicht übersteigt, so fällt das
timon doch stets etwas eisenhaltig aus, die Verunreinigung
dann aber so gering, dass sie vernachlässigt werden kann.
s Ausbringen aus 100 Schwefelantimon pflegt dann 66—68
rocent nicht zu übersteigen. Das ausgeschiedene Antimon
thält auch eine mehr oder weniger geringe Menge Kalium,
elche aber für die dokimastische Probe unberücksichtigt bleiben
nn. Der Antimonverlust bei dieser Methode rührt weniger
einem Rückhalte der Schlacken und des Schwefeleisens an
zersetztem Schwefelantimon her, als von einer bei dem
hmelzen nicht zu vermeidenden Verflüchtigung.

Wie unsicher überhaupt diese Proben auf metallisches Antimon
d, ergibt sich aus dem Gesagten von selbst.

Die genaueste Methode zur Bestimmung des Antimongehaltes Levol's Modification.
steht nach Levol [1]) darin, 1 Centner Schwefelantimon mit
Centner wasserfreiem gelben Blutlaugensalz zu meng
s Gemenge mit ½ Centner gepulvertem weisse
deckt, der Kirschrothgluth in einem Thontie

[1]) Berg- und hüttenm. Ztg. 1856, Nr. 38, pag.

Bei den gewöhnlichen Methoden des Schmelzens mit
asche, schwarzem Fluss und auch mit Cyankalium wird ein
Schwefelantimon in der Schlacke zurückgehalten. Durch
Zusatz von Eisen lässt sich dasselbe zwar grösstentheils zerl
allein der Antimonkönig fällt dann eisenhaltig aus. Die au
ordentliche Zertheilung, in welcher das Eisen im Blutlauge
den Sulphuriden dargeboten wird, in Verbindung mit dem
stande, dass die Reduction bei nicht hoher Temperatur vollst
stattfindet, erklären hinreichend die grössere Ausbeute (b
Procent) im Vergleich mit den gewöhnlichen Probiermethoden.
Antimonkönige, obgleich sie auf die Magnetnadel nicht einwi
enthalten doch stets eine gewisse Menge, bis 3 Procent Ei

Neunter Abschnitt.

Proben auf Wismuth.

§. 89. Allgemeines.

Wismutherze. Das Wismuth findet sich fast nur gediegen im Mi
reiche, seltener als Wismuthglanz, $Bi^2 S^3$ mit 81,5 Pr
und als Wismuthocher, $Bi^2 O^3$ mit 89,6 Procent Wismu

§. 90. Probierverfahren für gediegen Wismu

Verfahren. Für die Untersuchung eines Erzes, welches gediege
Wismuth in grösserer Menge eingewachsen und eingesp
enthält, kann man genau das Verfahren, wie für die Prob
Schwefelantimon, durch Aussaigerung anwenden, da
das Wismuth in dieser Beziehung dem Schwefelantimon
gleich verhält. Man nimmt zu dieser Aussaigerprobe eben
bis 25 Loth Civilgewicht und etwa Nussgrosse Stücke und
fährt genau wie pag. 402 angegeben wurde. Da man bei
hüttenmännischen Gewinnung aus solchen Erzen auch eine
saigerung anwendet, so erhält man durch diese P

e Controle des Hüttenbetriebes oder ein Anhalten für die erthabschätzung eines Erzes, welches für den Betrieb bestimmt . Die Methode kann eben so wenig wie die auf Schwefelan- on auf Genauigkeit Anspruch machen, da nicht zu vermeiden ht, dass kleine Metallkügelchen von Wismuth zwischen den en hängen bleiben. Ihre Menge wird verhältnismässig um grösser, je ärmer das Erz ist.

91. Probierverfahren für Wismuthglanz und Wismuthocher, mit oder ohne gediegen Wismuth.

Von einer richtig genommenen und fein aufgeriebenen Durchschnittsprobe wird ein Probiercentner abgewogen, mit dem 2—3fachen Gewichte schwarzen Flusses und 50—100 Procent Boraxglas gemengt und dann bei sehr starker Kochsalzdecke im Tiegel nach Art der Bleiproben geschmolzen. Man kann diese Proben auf Wismuth ganz wie die Proben auf Blei behandeln, nur darf man ihnen nicht ganz die für letztere erforderliche Hitze geben, da Wismuth leichter als Blei schmilzt und flüchtiger als dieses ist. Man sucht bei den Proben durch den starken Boraxzusatz eine leichtflüssige Schlacke zu erzeugen, um durch die strengflüssige Schlacke nicht zu der Anwendung einer höheren oder länger anhaltenden Hitze gezwungen zu werden, als ohne starke Wismuthverflüchtigung hervorzurufen gegeben werden darf. Schwefelwismuth und Wismuthoxyd verhalten sich in Bezug auf die chemischen Vorgänge beim Probierverfahren dem Schwefelblei und Bleioxyde entsprechend. Verfahren.

Wenn das Probiergut ausser Wismuth noch fremde Metall- verbindungen enthält, welche sich bei der anzuwendenden Temperatur durch den schwarzen Fluss reducieren und sich deren Metalle mit dem Wismuth legieren können, so enthält das gewonnene Metallkorn auch von diesen Metallen, zeigt nicht die metallischen Eigenschaften des reinen Wismuths und muss einer Untersuchung unterworfen werden. Solche Metalle sind na- mentlich Zinn, Kupfer und Blei. Hat man Grund, diese zu vermuthen, so behandelt man das ausgeschiedene Metallkorn Zinn, Blei und Kupfer im Wismuth.

in der Wärme mit reiner Salpetersäure. Etwa erzeugte
oxyd wird abfiltriert, vollständig mit Weingeist ausgewässe
trocknet und geglüht. Sein Gewicht dient zur Berechnu
im Wismuth vorhandenen metallischen Zinns. Aus der
und dem Weingeist, welcher zum Aussüsen benutzt wurd
man das Blei- und Wismuthoxyd gemeinschaftlich durch
saures Ammoniak ab, welches man im Überschusse anw
damit das Kupfer in Lösung gehalten wird. Nachdem d
moniakalische Lösung abfiltriert und durch Schwefelsäure
angesäuert ist, kann das Kupfer durch metallisches Eisen
geschlagen werden. Die gut ausgesüssten Blei- und Wismut
werden noch feucht in Essigsäure aufgelöst. In diese Au
legt man ein Stück reines Blei mit blanker metallischer
fläche so ein, dass es gegen den Zutritt der Luft völlig v
Flüssigkeit bedeckt wird. Das Gefäss wird verschloss
einige Stunden lang hingestellt. Das Blei scheidet das W
metallisch aus, welches niederfällt. Sobald die Aussch
ganz aufgehört hat, wird das auf dem Bleistreifen sitzende W
abgespült und wiederholt mit gekochtem und wieder erk
Wasser gewaschen; er wird nun rasch bei etwa 120° C
trocknet und gewogen. Der Verlust, welcher sich zuletzt
zeigt den Bleigehalt an [1]).

Nach diesem Verfahren lässt sich z. B. wismuthhaltige
Testasche &c., auf ihren Wismuthgehalt untersuchen.

Zehnter Abschnitt.

Proben auf Zink.

§. 92. Allgemeines.

Zinkerze. Von den Mineralien sind es Zinkspath $ZnO \cdot C$
52 Procent, Kieselzinkspath $3\,ZnO, SiO^3$

---

[1]) Ullgren in Berzelius' Jahresberichte, Bd.
Wöhler's Übersetzung.

nt und auch 2 (3 ZnO, SiO^3) + 3 HO mit 53,7 Procent,
he (ZnO, CO^2 + HO) + 2 ZnO, HO mit 57,1 Procent,
t 3 ZnO, SiO^3 mit 58,1 Procent, Zinkblende ZnS mit
nt und Rothzinkerz mit 70,5 Procent Zink, welche
ise zu den Zinkerzen gerechnet werden und mit mehr
iger fremden Körpern verbunden vorkommen. Die
sten Mineralien, welche früher mit dem gemeinschaft-
nen Galmei bezeichnet wurden, sowie die Zinkblende,
st ausschliesslich zur Gewinnung des Zinks, da die
ch nur in ganz unbedeutender Menge finden.

Zinkhüttenproducte.

üttenproducten können zunächst mehrere Zinkhütten-
e, z. B. Rückstände aus den Muffeln, Ansätze in den
und Schmelzkesseln, Schmelzasche, Rückstände von
und Messingbereitung mittelst Blende &c. zur Unter-
kommen; dann auch noch Producte anderer Hütten,
sche Ofenbrüche &c.

rmittelung des Zinkgehaltes in Hüttenproducten kann
enem und nassem Wege geschehen. Die trockenen
erden um so unzuverlässiger, je mehr fremde Bei-
n im Probiergute enthalten sind. Bei einem Zinkge-
nur einigen Procenten ist die trockene Probe nicht mehr
r und man muss seine Zuflucht zum nassen Wege
Die beste Probe auf nassem Wege ist die am Alten-
ebräuchliche (§. 96, Nr. 2) von Schaffner.

Erstes Kapitel.

oben auf trockenem Wege.

§. 93. Destillationsprobe.

Theorie.

Probe grün
auf die
rch
reten

die Gewinnung des Zinks im
eduction des Zink-
ngehender Weiss-
Zinks. Die zur

Reduction und Sublimation erforderlichen Temperaturen li
jedoch so nahe an einander, dass ein Ausschmelzen und Ansam
des reducierten Zinks zu einem Metallkönige, etwa wie bei
Bleiproben, nicht möglich ist.

Verfahren für oxydische Erze &c.

Wenn das vorliegende getrocknete Probiergut den Zin
halt als Zinkoxyd enthält und frei von Kieselerde ist, so p
es zugleich Kohlensäure oder Wasser zu enthalten. Diese be
Bestandtheile können dann vorher durch eine Calcinat
entfernt werden, damit sie im Verlaufe der Probe bei ih
Entweichen nicht oxydierend auf sich sublimierendes Zink
wirken. Man nimmt diese Calcination in einem leicht bedec
Tiegel unter der Muffel vor und hat sich bei ihr sehr zu hü
dass keine Kohle mit dem Probiergute in Berührung kö
weil sonst unvermeidlich ein Theil des Zinkoxydes sich r
cieren, wegrauchen und für die spätere Gewichtsbestimm
verloren gehen würde.

Diese vorgängige Calcination ist jedoch keineswegs
wesentliches Erfordernis und kann ohne Nachtheil für das
resultat der Probe unterbleiben; liegt es aber daran, mögli
viel Zink metallisch zu gewinnen, so ist sie ganz räthlich.

Man wiegt zu der Probe gern eine etwas grössere Quan
ab, 8—25 Loth (gewöhnlich 25 Loth) Civilgewicht, verm
solche mit 15—20 Procent Kohlenpulver und füllt das Gem
in eine gute thönerne Retorte oder in eine an einem Ende
schlossene Thonröhre. Das Gefäss wird so in einen sehr sc
ziehenden Windofen oder in eine Probieresse eingelegt, dass
Retortenhals oder das freie Röhrenende einige Zoll aus der
fassungsmauer des Feuerraums hervorsteht. Wo viele Pr
gefertigt werden müssen, könnte man sich eines ähnlichen O
bedienen, wie er pag. 43 (Taf. III. Fig. 38—40) beschri
wurde. Der nicht zu enge Retortenhals oder das Röhrene
wird durch einen Korkstöpsel mit einem engeren, offe
langen Glasrohre verbunden, durch welches die entstehen
Gasarten Abzug finden, während in dem durch die Luft
abkühlenden Retortenhalse oder Röhrenende alles gebildete
tallische Zink sich absetzt und kaum geringe Mengen dessel
mit Oxyd gemengt durch den Gasstrom noch in das Rohr

hrt werden und sich hier niederschlagen. Auch lässt sich das destillierende Zink in einer Tute von Eisenblech auffangen, elche das hervorragende Röhrenende umgibt.

Das Rohr oder die Retorte wird bei allmählig steigender tze 1—2 Stunden lang in Weissgluth erhalten. Während der peration hat man darauf zu achten, dass das sich absetzende etallische Zink nicht den Retortenhals verstopft und den Gasen ets freier Abzug bleibt. Fürchtet man eine eintretende Verpfung, so kann man durch das Glasrohr hindurch mit einem sendrahte die Öffnung im Retortenhalse etwas lüften, muss er dabei sorgfältig vermeiden, Zink in den Bauch der Retorte stossen.

Die entweichenden Gase bestehen einem sehr grossen Theile ach aus Kohlensäure. Indem sie aber zu ihrem Abzuge enselben Weg nehmen, wie das sich gasförmig entwickelnde etallische Zink, so wird die Kohlensäure durch das mit ihr in rührung tretende metallische Zink, indem sie dieses in Oxyd rwandelt, zum Theil wieder in Kohlenoxydgas umgeändert. aher kommt es, dass neben dem metallischen Zink sich ein edeutender Theil Zinkoxyd im Retortenhalse ansetzt.

Die Oxydation des Zinks durch Kohlensäure geht nach dem rgebnis dieserhalb von mir angestellter Versuche noch bei einer was niedrigeren Temperatur vor, als die Reduction des Zinkydes durch Kohlenoxydgas. Es ist also ein ganz durch die emischen Eigenschaften des Zinks und der Kohlensäure hervorgerufener Umstand, dass sowohl bei der üblichen Zinkgeinnung im Grossen, als auch bei dieser dokimastischen Probe cht der ganze Zinkgehalt des Erzes metallisch hervortreten ann. Das Zink wird um so mehr gegen die Oxydation durch ohlensäure geschützt sein, je geringer dessen Oberfläche ist und schneller dessen Abkühlung erfolgt, und besonders wird aus rsterem Grunde gewöhnlich beim grossen Betriebe mehr meallisches Zink gewonnen, als bei der dokimastischen Probe. h liegt hierin der Grund, weshalb man zur Probe gern grössere htsmengen verwendet.

h Beendigung der Destillation wird die Retorte umgeorsichtig zerschlagen, um zu verhüten, dass sich etwa

locker an die Kuppel der Retorte angesetztes Sublimat ablöse und zwischen den Rückstand am Boden falle. Was sich als reines oxydfreies Zink weglösen lässt, wird verwogen; das Zink jedoch, welches als feiner Staub mit Zinkoxyd gemengt ist, sowie alles Zinkoxyd, welches sich abnehmen oder mit der Fahne einer Feder zusammenkehren lässt, wird vereinigt und nach dem Vorschlage Berthier's in einem Glaskolben in der Wärme in reiner etwas verdünnter Salpetersäure aufgelöst. Eben so werden alle Stücke der Retorte und des Halses, an denen noch metallisches oder oxydiertes Zink noch anhaftet, gesammelt und ebenfalls in der Wärme mit Salpetersäure behandelt, bis alles Zink und Oxyd von ihnen weggelöst ist; auch das Glasrohr wird mit Salpetersäure ausgespült. Die filtrierte vereinigte salpetersaure Zinkoxydlösung wird nun in einer Abrauchschaale, so dass kein Verspritzen stattfinden kann, (im Wasserbade) völlig zur Trockne gedampft. Das salpetersaure Salz wird nach und nach in einen Thon- oder Porzellantiegel gebracht und dieses jedesmal nur bis zur Hälfte damit angefüllt; den Tiegel setzt man in der Muffel einer sehr langsam steigenden ganz dunklen Rothgluth aus. Unter starker Entwickelung von salpetriger Säure steigt die Masse im Tiegel auf und lässt weit weniger Volum einnehmendes reines Zinkoxyd zurück. Ist nun Alles in den Tiegel gebracht und zerlegt, so wird dieser zuletzt noch in starke Rothgluth versetzt. Aus dem Gewichte des erhaltenen Zinkoxyds wird die Menge des Zinks berechnet.

100 Zinkoxyd = 80,13 Zink.

Das Gewicht des bereits als Metall verwogenen Zinks dieses berechneten zuaddiert, zeigt den Gehalt des Probiergutes.

Verfahren für silicierte Erze &c.

Enthält das Probiergut das Zinkoxyd an Kieselerde gebunden, so geschieht die Untersuchung auf dieselbe Art, nur wird dann demselben etwa $^3/_4$ bis gleiches Gewicht Pottasche oder schwarzer Fluss ausser dem Kohlenstaube zugesetzt, um das Zinkoxyd für die Reduction aus der Verbindung mit Kieselerde frei zu machen, indem man ihr eine verwandtere alkalische Base bietet. Auch ist schon dann, wenn das Probiergut freie Kieselerde oder sehr kieselreiche Gangarten eingemengt enthält, ein Zusatz von $^1/_4$—$^1/_2$ Gewicht Pottasche oder calcinierter Soda zu empfehlen

Verfahren für geschwefelte Erze &c.

Wenn das Probiergut Blende oder sonst Schwefelzink
t, so kann die Untersuchung auf dieselbe Art geschehen;
müsste man den Zuschlag von schwarzem Fluss oder Pott-
bis auf das 3—4fache Gewicht des Erzes erhöhen. Kali
Schwefelzink tauschen dann beim Processe ihren Sauerstoff
Schwefelgehalt gegen einander aus und das gebildete Zink-
wird durch die vorhandene Kohle (oder vielmehr durch
ohlenoxydgas, welches sich aus der Kohle mit der in der
e befindlichen Luft bildet) reduciert. Eine so grosse Menge
würde aber sehr leicht die Retorte vor Beendigung der
ion durchfressen; man setzt daher besser nur bis gleiches
ht schwarzen Fluss zu und ergänzt den übrigen Theil
ben durch 30—50 Procent Eisenfeilspähne, welche das
felzink direct zersetzen und Zink frei machen.

an kann auch ein Schwefelzink haltendes Probiergut bei
idung jedes Kohlenzusatzes unter der Muffel in feinge-
em Zustande abrösten. Bei diesem Rösten vermeidet man
lich eine zu hohe Temperatur, um ein Zerknistern zu ver-
steigert sie aber sehr stark gegen das Ende, um allen
fel und etwa gebildete Schwefelsäure zu entfernen, was
nicht ohne Schwierigkeit und nur bei anhaltender hoher
ratur zu erreichen ist. Dadurch wird der ganze Zink-
in Oxyd verwandelt und die Probe kann dann ohne,
bei sehr geringem Zusatze von schwarzem Flusse ausge-
werden.

ommt es nicht darauf an, den gesammten Zinkgehalt,
n nur die Beschaffenheit des ausbringbaren Zinks kennen
nen, so wird der bei der dokimastischen Probe erhaltene
von metallischem Zink gesammelt und in einem Tiegel
hr gelinder Hitze unter einer Decke von schwarzem Flusse
nengeschmolzen. Bei einer im Betriebe stehenden Zinkhütte
nan dieses aber auf eine weit sicherere Art erfahren, wenn
luffel (Röhre) mit dem zu untersuchenden Erze beschickt
las in der Vorlage erhaltene Zink abgesondert umge-
lzen wird.

ie Zinkprobe wird um so unzuverlässiger und unbrauch
je geringer der Zinkgehalt wird und je mehr verschie

fremde Metalle im Probiergute enthalten sind. Beträgt der Zink-
gehalt nur einige Procente oder sind noch andere flüchtige
Metalle in merkbarer Menge vorhanden, so hört die dokimastische
Probe überhaupt auf anwendbar zu sein und muss, wie überall,
wenn es auf genauere Bestimmung ankömmt, die analytische
Chemie zu Hülfe genommen werden.

§. 94. Indirecte Zinkbestimmung.

erfahren. Folgende von Berthier herrührende Methode gibt für
reine Blende brauchbare Resultate, bei unreinen Erzen
kommen aber bedeutende Gewichtsdifferenzen vor, namentlich
wenn kohlensaure Salze vorhanden sind.

Reine Blende, ohne Arsenkies, Schwefelkies und andere
zum Theil flüchtige Substanzen, wird behuf Abscheidung und
Verflüchtigung des Zinks einem Erhitzen mit Eisen unterworfen
und aus der Gewichtsdifferenz der Zinkgehalt bestimmt.

Für unreine Blende hat Plattner dieses Verfahren in
nachstehender Weise modificiert: Man fertigt zunächst von dem
Probiergute eine Bleiprobe (pag. 177) und wird der Bleigehalt
über 10 Procent gefunden, so lässt sich die trockene Zinkprobe
kaum mehr anwenden, und das Erz ist dann auch als Zinkerz
kaum noch zu verarbeiten. Der unter obiger Grenze gefundene
Bleigehalt wird notiert, da er später bei der Berechnung des
Zinkgehaltes als Factor mit auftritt. Darauf folgt ein Glühen
der rohen Blende, um flüchtige Bestandtheile zu entfernen.

Ein Centner Erz wird in einen kleinen Thontiegel von etwa
$1\frac{1}{4}$" Höhe und $1\frac{3}{8}$" Weite bei einem aufgelegten Deckel von
Kohle oder Thon, welcher ein kleines Loch hat, gethan. Der
Deckel darf das Probiergut nicht berühren und das Loch darf
dient einestheils zum Abzug der flüchtigen Körper, anderntheils
um den Deckel mittelst eines Drahthäkchens auflegen und ab-
heben zu können. Der Tiegel wird so in einen grösseren Thon-
tiegel (Eisentute) gestellt, dass zwischen beiden ein Zwischenraum
bleibt, letzterer sodann mit einem gut schliessenden Thondeckel
versehen und der Tiegel einer $\frac{1}{4}$—$\frac{1}{2}$stündigen mässigen Roth-
glühhitze unter der Muffel oder im Windofen ausgesetzt, um

sen und den überschüssigen Schwefel auszutreiben. Die Anwesen-
it von Kohlensäure ist dabei sehr hinderlich, indem dieselbe
i der bezeichneten Temperatur theilweise weggeht. Die lang-
n erkaltete, zuweilen gesinterte Masse wird gewogen, im Mörser
fgerieben und mit 60 Pfund rostfreier Stabeisenfeile und
Pfund gepulverter Eisenhohofenschlacke, welche gut geflossen,
ht zu strengflüssig ist und durch Glühen ihr Gewicht nicht
dert, gemengt. Man schüttet das Gemenge in eine mit Kohle
gefütterte Eisentute, thut darauf 50 Pfund Eisenhohofen-
lacke, füllt den darüber befindlichen Raum mit Kohlenstaub
s und verschliesst die Tute mit einem, mit einer kleinen Öffnung
rsehenen Thondeckel. Durch $1\frac{1}{2}$—2stündiges Windofen- oder
n etwas kürzeres, etwa 1stündiges Gebläseofenfeuer raucht man
s Zink weg und erhält dann im Tiegel einen König, der aus
chwefeleisen und einem mehr oder weniger grossen Korne von
berschüssig zugesetztem Eisen besteht. Man muss nicht mehr
sen nehmen, als nöthig, weil sich sonst bei dem Glühen Kohlen-
sen bildet und dadurch eine Gewichtszunahme entsteht.

War Blei in dem Zinkerz vorhanden, so verflüchtigt sich
sselbe fast ganz.

Auf dem Könige liegt die geschmolzene Schlacke. Das
anze wird ausgewogen und die Gewichtsdifferenz gegen
e in den Tiegel gebrachte Beschickung, sollte den Zink-
halt des Erzes angeben. Dies ist jedoch ohne Weiteres keines-
weges der Fall, man erhält selbst bei der reinsten Blende mehrere
rocente zu viel. Durch vielfältige, in Freiberg angestellte
ersuche ist man dahin gelangt, ein dem analytisch gefundenen
ehalte gegenüber zufriedenstellendes Resultat zu erhalten, wenn
an von der erwähnten Zahl die empirisch gefundene Zahl 5 +
em Bleigehalte des Erzes abzieht. Hielt z. B. die Blende 6 Pfund
lei, man hätte nach dem Glühen von 100 Pfund derselben 92
fund erhalten, daher 160 + 92 = 252 Pfund in den Kohlen-
egel gebracht und 210 Pfund als Gewicht des Rohsteinkönigs
nd der Schlacke wieder erhalten, so wäre der Zinkgehalt
= 252 — 210 — (5 + 6) = 31 Pfund Zi
doch immer nur annähernd.

Wird die Schlacke allein gewoger

wicht gegen die angewandte Menge Schlacke annähern Erdengehalt des Erzes, indem die Schlacke nie ganz re Eisen und Steintheilchen ist. Der Erdengehalt wird nac ständen als kohlensaurer Kalk betrachtet und daraus ber wie viel Kohlensäure bei der letzten Hitze ausgetrieben is selbe muss dann noch von der Gewichtsdifferenz in Abz bracht werden.

Man hält die Temperatur zum Wegrauchen des Zi angemessen, wenn ein in den Ofen eingehaltener Eisensta zwei Minuten vollständige Schweisshitze zeigt und beim l nehmen Funken sprüht.

Weniger genaue Resultate, besonders bei Blei, Antim Arsen enthaltenden Erzen, gibt die Ermittelung des als Messing, wobei man das calcinierte oder geröst mit schwarzem Fluss oder Pottasche und Mehl und dem Kupfer in einer Eisentute einer Weissglühhitze aussetzt Mehrgewicht des Kupfers gibt dann den Zinkgehalt an.

Zweites Kapitel.

Zinkproben auf nassem Weg

§. 95. Indirecte Zinkbestimmung.

Verfahren. Nach E. Schmidt [1]) wird 1 Probiercentner Galmei (k saures Zinkoxyd) geglüht oder 1 Centner Zinkblende voll abgeröstet, der dabei stattfindende Verlust (Kohlensäure, oder Schwefel) angemerkt und das Röstgut etwa ½ Stun bei einer Temperatur von 40° C. mit dem 2—3fachen Gemisches von 3 Ätzammoniak und 1 kohlensaurem Am digeriert, wobei das Zinkoxyd in Lösung geht. Der Rüc wird abfiltriert, ausgewässert, getrocknet, geglüht und ge die Differenz gegen das Gewicht des Röstgutes ergibt de halt an Zinkoxyd. Kieselsaures Zinkoxyd wird von dem A

[1]) Erdmann's Journ. f. pr. Chem. LI., 257; Berg- u. hütten 1851, pag. 268.

akgemisch nicht angegriffen, weshalb die Probe nur für Zink-
ath und geröstete Blende sich eignet. Enthält die Blende
arz oder kieselige Gangarten, so bildet sich beim Rösten leicht
eselsaures Zinkoxyd. Diese Probe hat hiernach nur eine be-
hränkte Anwendung.

§ 96. Titrierverfahren.

1. Schwarz' Methode [1]). Man bringt 1 Gramm fein Verfahren.
eriebenes und geglühtes Erzpulver &c., welches Zinkoxyd ent-
ält, in einer verkorkbaren Flasche mit Ätzammoniak und kohlen-
aurem Ammoniak zusammen, wobei sich das Zinkoxyd auflöst.
der die Substanz wird besser in Säure gelöst und dann
tzammoniak und kohlensaures Ammoniak zugesetzt. Man filtriert,
ässert mit ammoniakalischem Wasser vollständig aus und fällt
us der Lösung durch Schwefelwasserstoffgas oder Schwefel-
atrium (pag. 238) Schwefelzink. Um alles Zink in Lösung zu
ekommen, ist es meist vorzuziehen [2]), das Probiergut mit Schwefel-
äure zur Trockne zu dampfen, die trockne Masse mit einigen
ropfen Schwefelsäure anzufeuchten und das Lösliche mit heissem
Wasser auszuziehen. Durch einen etwas überschüssigen Zu-
atz von Schwefelnatriumlösung und etwas Aufkochen fällt
an Schwefelmetalle aus, nimmt dann die Wärmequelle weg
nd setzt in kleinen Portionen Schwefelsäure vorsichtig bis zur
auren Reaction zu. Dabei löst sich Schwefeleisen und Schwefel-
nk auf, während Schwefelkupfer, Schwefelquecksilber &c. un-
elöst bleiben. Nachdem durch Erhitzen das Schwefelwasser-
offgas ausgetrieben, wird filtriert; der Rückstand kann auf
upfer, Quecksilber &c. untersucht werden. Das Filtrat erhitzt
an unter Zusatz von kleinen Mengen Salpetersäure, um vor-
ndenes Eisenoxydul in Oxyd überzuführen, kocht noch einige
it auf und setzt schnell so lange warme Ätznatronlösung (pag. 238)
nzu, bis eine alkalische Reaction eintritt. Man filtriert und
llt aus dem Filtrat durch Schwefelnatrium Schwefelzink aus.
er Rückstand kann in Salzsäure gelöst und aus der Lösung das

[1]) Schwarz, Massanalysen 1853, p. 123. — M
1855, p. 231. — Gillhorn im pharmac. Cer
[2]) Österr. Zeitschr. 1856, Nr. 20, p. 155.

Eisen nach Marguerite's Methode (pag. 274) besti
werden. Nachdem sich das Schwefelzink in der Wärme abge
wird es abfiltriert (was langsam geht), mit heissem, Schw
ammonium enthaltendem Wasser ausgesüsst, dann nebst Fil
in eine 300 Cubiccentimeter haltende Flasche gethan, mit
schüssigem neutralen Eisenchlorid, warmem Wasser und
centrierter Schwefelsäure übergossen und die anfangs gelb
Flüssigkeit unter öfterem Umschütteln einige Zeit verschloss
gelinder Wärme stehen gelassen. Dabei bilden sich Chlo
Eisenchlorür und Schwefel. $Fe^2 Cl^3 + Zn S = Zn Cl + 2$
$+ S$. Man filtriert, verdünnt bis zum Farbloswerden mit viel W
und bestimmt das Eisenchlorür durch eine titrierte Chamä
lösung (pag. 274). Nach der vorstehenden Formel ist dan
je 2 Äquiv. des gefundenen Eisens 1 Äquiv. Zink in Rech
zu bringen, oder 56 Eisen sind gleich 32,53 Zink.

In ammoniakalischer Lösung befindliche Metalle, die
durch Schwefelwasserstoffgas gefällt worden, sind zuvor z
seitigen, wie oben angegeben worden.

Dieses etwas umständliche Verfahren gibt gute Resulta

Verfahren. 2. Schaffner's Verfahren am Altenberge (Vie
Montagne) im Hüttenwerk zu Moresnet [1]). 1 Gr
der zinkhaltigen Substanz wird in Salzsäure bei Zusatz von ei
Tropfen Salpetersäure (zur Oxydation des Eisens) unter Erwär
gelöst, die Flüssigkeit mit Ammoniak neutralisiert, sodann
Gemisch von 1 kohlensaurem und 3 Ätzammoniak im Übers
zugesetzt, erwärmt, filtriert und das Filter mit ammoniakalis
Wasser ausgewaschen. Zum ammoniakalischen Filtrat giesst
3—4 Tropfen Eisenchlorid, dann aus einer Bürette titrierte Schw
natriumlösung (pag. 238) bis zum Eintritt einer schwarzen Fär
des röthlichen Eisenoxydhydrats. Aus dem Volum der
brauchten Flüssigkeit berechnet man die Zinkmenge.

Durch das Schwefelnatrium wird in der ammoniakalis
Lösung zuerst weisses Schwefelzink gefällt, wobei es aber
möglich ist, in der trüben Flüssigkeit den Sättigungspunct

[1]) Österr. Zeitschr. 1856, Nr. 23, p. 182. — Berg- u. hüttenm. Ztg.
Nr. 28, 36.

nks zu erkennen. Durch den Zusatz von Eisenchlorid entsteht n röthlicher Niederschlag von Eisenoxydhydrat, welches durch s Schwefelnatrium in schwarzes Schwefeleisen übergeführt ird, sobald alles Zink geschwefelt ist.

Um ein genaues Resultat zu erhalten, muss man von dem rbrauchten Schwefelnatrium diejenige Menge abziehen, welche r Umwandlung des Eisenoxydhydrates in Schwefeleisen ver- aucht ist. Zu diesem Zweck thut man in ammoniakalisches asser so viel Eisenchloridlösung, als zur zinkischen Lösung zu- setzt ist, und fügt nach und nach Schwefelnatrium bis zum chwarzwerden des Niederschlags hinzu. Die so verbrauchte chwefelnatriummenge ist die abzuziehende.

Die Schwefelnatriumlösung wird so titriert, dass etwa 17 s 18 Cubiccentim. derselben 0,2 Gr. chemisch reines Zink bei satz von Eisenchlorid fällen. — Bei zinkarmen Substanzen wendet an 2 Gr., bei zinkreichen $\frac{1}{2}$ Gr. zur Probe an. Enthält das Probier- viel Kupfer, z. B. manche Zinkblenden, was sich an der nen Farbe der amoniakalischen Lösung zu erkennen gibt, so ss dasselbe zuvor durch Schwefelnatrium, wie bei der Pe- ze'schen Kupferprobe (pag. 237) ausgefällt und abfiltriert den, oder die Entfernung des Kupfers kann wie bei der vor- gehenden Methode geschehen; bei schwach blauer Farbe n man die Operation fortsetzen.

Dieses Verfahren gibt sehr genaue Resultate, ist ungleich acher als das vorige und führt sehr rasch zum Ziele.

Elfter Abschnitt.

Proben auf Zinn.

§. 97. Allgemeines.

Das einzige Erz, welches hüttenmännisch verarbeitet wird, Erze &c.
der Zinnstein SnO^2 mit 78,67 Zinn, mit welche
untergeordneten Mengen Zinnkies, $2\,Cu^2S$
S, ZnS) SnS^2 mit 29 Zinn und 29 Kupfer vork
n können noch oxydierte und silicierte

(Gekrätz, Zinnschlacken) zur dokimastischen Un
suchung auf trockenem Wege kommen. Legierungen (die
schiedenen Zinnsorten des Handels, Härtlinge &c.) mü
auf nassem Wege untersucht werden.

Die Ermittelung des Zinngehaltes kann auf trockenem
nassem Wege allein, oder durch eine zweckmässige Combi
beider geschehen. Bei Anwendung des nassen Weges wähl
am besten das Titrierverfahren von Gaultier de Glaub
mit einer Modification nach dem Bunsenschen Verfahren,
das Reactionsende besser erkennen zu können. Es wird
Lösung von Jod in Jodkalium und Stärkelösung angewandt

§. 98. Proben für reinen Zinnstein.

Verfahren. Hat man es nur mit der Untersuchung eines Erzes zu
welches ausser sehr wenig Erden nichts als Zinnoxyd en
so ist die dokimastische Probe sehr einfach, da man entwede

a. eine Reduction im Kohlentiegel (Taf. III. Fig. 69, 70,
nach Art der Roheisenproben vorzunehmen hat und dabei
Flusszusatzes zur Schlackenbildung bedarf. Dieser Zusatz
in 5—25 Procent Boraxglas und Glas bestehen, dem man
wohl noch einige Procente Pottasche oder schwarzen
zufügt.

Die Reduction muss in einer genügend andauernden h
Temperatur geschehen und ist deshalb die Schmelzung in e
sehr scharf ziehenden Windofen oder vor dem Gebläse v
nehmen. Eine $^3/_4$—$1^1/_4$ Stunde anhaltende Weissgluth ge
Oder man kann

b. die Probe mit schwarzem Fluss nach Art einer Blei
in einer gewöhnlichen Tute (Taf. III. Fig. 66, 67) bei nic
hoher Temperatur $^1/_2$—$^3/_4$ Stunden schmelzen.

Da das als Säure auftretende Zinnoxyd sich gern mit
lien verbindet und deshalb theilweise in den Schlacken b
so muss man einen Zuschlag von 15—20 Procent Kohle
Mehl zum schwarzen Fluss nehmen. Der vollstä
des Zinnoxydes im Kohlentiegel ist die dabei

[1]) Berg- und hüttenm. Ztg. 1847, pag. 155.

ratur förderlich, und man erhält dabei gewöhnlich 1—2
Zinn mehr, als nach dem andern Verfahren.
r Erfolg dieser Proben kann zuverlässig genannt werden,
sich die Schlacke in sehr dünnflüssigem Zustande befun-
t und das Zinn zu einem einzigen Korne zusammenge-
ist.

f Englischen Hütten werden 5 Unzen Erz mit ¼
hlenpulver oder Sägespähnen in einem Graphittiegel bei
chsten Temperatur eines Windofens 15—20 Minuten erhitzt,
schmolzene Masse mit einem eisernen Stab umgerührt,
—8 Minuten erhitzt und sodann unter Zurückhaltung der
e das Zinn in eine Form gegossen. Die Schlacke wird
ert, geschlämmt und die ausgeschiedenen Zinnkörner mit
egulus verwogen. Man bringt bei dieser Probe gegen die
bis 10 Procent Zinn zu wenig aus.

99. Probe für Zinnstein mit viel erdigen Beimengungen.

der Zinnstein nur so fein und in so geringer Menge in Verfahren.
rdige Fossilien eingesprengt (wenn man z. B. Erze oder
he hätte, in denen etwa nur 1 Procent oder weniger
erwarten ist), dass man bei einem derartigen Erze eine
nverhältnismässige Menge Erden zu verschlacken haben
, so kann man ein solches Erz nicht sogleich der Re-
unterwerfen, sondern man muss vorher eine mechanische
ng und Anreicherung (Aufbereitung) mit ihm vornehmen.
rd zu diesem Zwecke eine gewogene grössere Quantität
insten Pulver zerrieben und die erdigen Theile dann mit
r abgeschlämmt, welches bei gehöriger Vorsicht ganz gut,
n einem Glascylinder, geschehen kann, ohne dass man einen
aren mechanischen Verlust von dem specifisch schweren
in zu befürchten hat. Der so concentrierte Erzschliech
ieder völlig ge[illegible] en und dann erst von ihm
ductionspro[illegible] n durch letztere Probe
nenen Res[illegible] lt des ursprünglichen
berec[illegible]

§. 100. Proben für Zinnstein mit viel metal schen Beimengungen.

lgemeines. In sehr vielen, ja wohl in den meisten Fällen, bi ausser den erdigen Mineralien mit dem Zinnsteine noch Sch kies, Arsenkies, Kupferkies, Spiessglanz, Wolfram, Blende, dänglanz, Zinnkies, Eisenocher, Magneteisenstein, Rutil, kobalt &c. ein, und durch diese Einmengungen wird dan Zinnprobe mit den unter solchen Umständen entstehende erzen und Zinnschliechen in der angegebenen Art unm Es kann bei sehr geringem Zinngehalte zwar ebenfalls hi schlämmen. vorgängige mechanische Concentration durch Schlämmen werden; der auf solche Weise angereicherte Schliech wir immer von den oben genannten metallischen Beimengun viel zurückhalten, dass er nicht mehr wie ein reiner Zi bei der Zinnprobe behandelt werden kann.

Eine genaue dokimastische Untersuchung von Erzen, von oben genannten Einmengungen enthalten, auf allein troc Wege ist nicht möglich und man muss theilweise, wie unten gezeigt werden soll, den nassen Weg mit zu Hülfe n

Wollte man solche Erze ungeröstet einem reducie Schmelzen unterwerfen, so würde theils Zinn mit in den Sch bleiben, theils das ausgeschiedene Zinn gar sehr, nam Röstung. durch Arsen, verunreinigt sein. Eine vorgängige Röstu gibt sich demnach als eine unerlässliche Vorbereitung, u dadurch zu verflüchtigenden Körper zu entfernen und ei rung durch sie für die weitere Behandlung der Probe z hüten. Diese Röstung wird wie gewöhnlich ausgeführt. hat sie so lange fortzusetzen, bis die Probe bei einem Zusatze von Kohlenstaub im glühenden Zustande keinen (mehr entwickelt und bis sie nach vollständigem Verbrenn Kohle fein zerrieben keine glänzenden Theile von Schwefel Arsenmetallen mehr zeigt. Sollte das Erzpulver durch völlig gut geleitete Röstung etwas weniges zusammenge sein, so muss es aufgerieben und von neuem einer R unterworfen werden.

Wollte man das Röstgut ohne Weiteres einem reducir

melzen nach §. 98 unterwerfen, so würde die Richtigkeit des ultates in Zweifel zu ziehen sein, weil die Methode nach Art Bleiproben, vorausgesetzt, dass namentlich Arsen durch die tung bis auf unbedeutende Spuren entfernt ist, zwar im All- einen ein reines Zinnkorn liefert, aber nicht alles Zinnoxyd den Schlacken reduciert und den Gehalt um mehr oder iger zu niedrig, und zwar mitunter um ein ganz Bedeutendes Procent und mehr) zu geringe angibt, falls sich nicht hin- hend Kohlenstoff in der Beschickung findet. Die Methoden hoher Temperatur liefern dagegen ein unreines, namentlich nhaltiges Zinnkorn und müssen daher, wenn die Reduction Zinnoxydes vollständig erfolgt ist, den Gehalt zu hoch eben.

Das bei der Röstung des Erzes entstandene oder schon vor- in ihm enthaltene Eisenoxyd kann zwar durch Kieselerde kieselerdereiches Glas zum Theil verschlackt werden, doch en diese Zuschläge bei weitem nicht völlig behindern, dass dasselbe nicht auch theilweise, sowohl durch den Kohlen- als durch das reducierte Zinn selbst, reduciert und von Zinne aufgenommen wird. Ausserdem kann durch einen rossen Zusatz von Kieselerde ein theilweises Verschlacken Zinnoxydes veranlasst werden.

Das durch die Röstung bei Vorhandensein von kupferhaltenden engungen entstandene Kupferoxyd geht unvermeidlich grössten Theile in das Zinn über. Auch steht durch die ung Antimon, Arsen &c. nicht ganz zu entfernen und dann auch von diesen Metallen etwas in das Zinnkorn hrt.

Wenn man in den Fällen, in denen man ein unreines Zinn- erhalten hat, auch einige Procente bei der Resultatsangabe Abzug brächte, so würde eine solche Gehaltsangabe doch Zutrauen verdienen können, da man zur Abschätzung dieses rgewichts kein sicheres Anhalten hat. Eben so wenig ist es ssig, die Probe einmal nach Art der Bleipr[illegible]d einmal hoher Temperatur anzustellen und [illegible]us den Resultaten das Mittel zu nehm

Einige Probierer haben für die

empfohlenen Methode der Reduction bei hoher Temperatu
geschrieben, zwischen die Röstung und die Reductio
mechanisches Abschlämmen der durch die Röstung geb
Oxyde von dem specifisch schwereren Zinnsteine einzus
Dieses entspricht jedoch dem vorgesetzten Ziele der Dar
eines reinen Zinnkorns nicht genügend, da sich ein vollst
Wegschlämmen der Oxyde ohne Verlust von Zinnstei
ausführen lässt. Auch durch ein Ausziehen mit dem
lässt sich nicht alles oxydierte Eisen fortschaffen.

Digestion mit Säure.

Um diese fremden Metalle unschädlich für das Resu
Zinnprobe zu machen, bleibt nur übrig, sie mit Hülfe des
Weges vor der Reduction wegzulösen. Dies wird dadur
führbar, dass der Zinnstein von Säuren nicht angegriffe

Berthier hat empfohlen, das ungeröstete Erz mi
Überschusse von Königswasser einige Minuten zu koch
den auf dem Filter gesammelten und getrockneten Rü
nach dem Einäschern des Filters im Kohlentiegel wie ein
steinsprobe zu behandeln.

Da indes nach Plattner [1]) aus einem Zinnerze,
viel kiesige Gemengtheile enthält, bei der Digestion mit
wasser oft viel Schwefel sich ausscheidet, der beim Ver
wieder Schwefelmetalle erzeugen kann, die bei der Reduction
einwirken, so zieht derselbe — bei seinen quantitative
rohrproben — vor, das todt geröstete Erz mit Salzsäure zu
ren, bevor man es der Reduction unterwirft, und dieses V
eignet sich auch für die hüttenmännische Zinnerzprobe.
samer als Salzsäure allein, namentlich auf das geglühte Eis
ist verdünnte Schwefelsäure, zu der man einige Tropfen S
hinzufügt.

Da Zinnkies von Königswasser angegriffen wird, so
nach der Vorschrift von Berthier bei Vorhandensein de
im Zinnerze das Resultat der Zinnprobe fehlerhaft ausfal

Plattner empfiehlt das Berthiersche Verfahren f
schlieche, die wegen einer möglichst vollkommene

[1]) Plattner, die Probierkunst mit dem Löthrohre pag. 642.

schon im Flammofen geröstet worden sind und nur noch einige Procent Schwefel und Arsen enthalten.

Durch die Röstung oxydiertes Eisen, Mangan, Kupfer, Wismuth, Zink und Arsen werden durch die Salzsäure völlig weggenommen und zum grössten Theile auch das Antimon. Durch die Röstung werden zwar Wolfram und Titan gar nicht, und Molybdän nur zum geringen Theile fortgeschafft, auch bleiben bei der Behandlung des gerösteten Erzes mit Säure neben erdigen Substanzen die ersteren beiden ganz und letzteres fast ganz ungelöst, grösstentheils als Säuren, beim Zinnsteine zurück, aber sie wirken nicht mehr auf das Zinnausbringen ein, da sie bei der nachfolgenden reducierenden Schmelzung grösstentheils von dem alkalischen Flussmittel aufgelöst werden.

Da bei einem bedeutenden Gehalte an Wolfram ein Theil desselben beim demnächstigen reducierenden Schmelzen ins Zinn gehen würde, so kann man dasselbe nach Oxland's Methode durch Schmelzen mit schwefelsaurem Natron und Kohle und nachheriges Auslaugen der Masse mit heissem Wasser als wolframsaures Natron vor der Röstung entfernen.

Zinnkies geht beim Rösten in Zinnoxyd über und dieses wird von Salzsäure nicht angegriffen.

Durch die Digestion mit Säure kann das mit dem Zinnoxyde des Zinnsteine chemisch verbundene oxydierte Eisen und Mangan zwar nicht fortgenommen werden; allein die Menge derselben ist selbst im dunkelsten Zinnsteine nur unbedeutend (kaum 1 Procent), und ausserdem verschlackt sie sich noch grösstentheils, so dass davon nur eine Spur Eisen ins Zinnkorn gelangt wird.

Kommt ein durch Röstung und reinigende Digestion mit Säure vorbereitetes Erz bei genügender Kohlenmenge und passendem Flusszusatze in hinlänglich hoher und anhaltender Temperatur zur Reduction, so fallen die Vorwürfe, welche man den früheren Probiermethoden zu machen hatte, von selbst weg, da nun bei vollständiger Reduction das ausgebrachte Zinnkorn auch keine fremden Bestandtheile verunreinigt sein kann.

Soll ein Erz unt[illegible]den, welches bereits beim grossen [illegible] ebe durch d[illegible]her [illegible]östet war, so ist

die zum Probieren nöthige Röstung zwar dadurch abgek
aber nicht entbehrlich geworden, da im Grossen die Rös
für die Probe nicht vollständig genug geschehen kann.

Vor der Behandlung mit Salzsäure wird die abgeröstete P
nochmals zart aufgerieben und dann mit einer genügenden Qua
Säure hinlänglich lange Zeit in Digestion gelassen. Ein 2—6fa
Gewicht Säure ist hinreichend, um durch höchstens ¼—½stü
Digestion alle löslichen Bestandtheile wegzunehmen. Man
während der Digestion das Erzpulver öfters umrühren
umschütteln.

Ein neuer Zusatz von Säure muss bei einer zweiten Dige
ungefärbt bleiben. Man kann aber meistens schon aus den
sehen des zurückbleibenden Erzpulvers entnehmen, ob durc
Digestion die löslichen Bestandtheile weggenommen sind.
die Digestion in Glas oder Porzellan geschieht, ist gleichg
nur hat man darauf zu sehen, dass die Dämpfe nicht beläs
und aus dem angewandten Gefässe die gereinigten ungel
Erztheilchen sich leicht vollständig wegnehmen und mi
eines kleinen Tuschpinsels oder der Fahne einer Feder abs
len lassen.

Man kann nach beendigter Digestion die Lösung vorsi
abgiessen und das Erz ebenso in dem Digeriergefässe
Wasser aussüssen. Auch kann man, hat man zur Dige
eine kleine Porzellanschale gewählt, das Erz in ihr nach
Abgiessen des Aussüsswassers langsam trocknen. Am siche
verfährt man jedoch, wenn man nach der Digestion das
pulver auf ein Filter bringt und mit heissem Wasser auswä
Nach dem Trocknen wird alles möglichst rein vom Filter
nommen und sodann das Filter in einem leicht bede
Tiegel am besten unter der Muffel vorsichtig verbrannt.
noch am Filter von dem Erzpulver anhaftete, wird mit
Filterasche jetzt aus dem Tiegel mittelst einer Feder zu
übrigen Probe gebracht, welche nun zur Reduction v
reitet ist.

Reducieren-des Schmelzen. Die Erfahrung hat mir gezeigt, dass, wenn m
duction in Kohlentiegeln vornimmt, man leicht d
gesetzt ist, dass der ganze Zinngehalt nicht zu

me zusammenfliesst, sondern an den Wänden zwischen lacke und Kohlentiegel selbst bei guter flüssiger Schlacke elne kleine Zinnkörnchen hängen bleiben. Es ist daher eckmässiger, die Reduction in einem nicht mit Kohle ausge- erten, einfachen, feuerfesten Thontiegel vorzunehmen. Als ssmittel dabei dient auf 1 Centner zuvor mit 15—20 Procent lenstaub zusammengeriebenes Erz 2—3 Centner schwarzer ss oder eben so viel Pottasche mit 10—15 Procent Kohlen- ab oder Mehl vermengt und 25—40 Procent Borax; sie werden h genauem Zusammenmengen mit einer starken Lage Koch- z bedeckt.

Um völlig sicher zu sein, dass alles Zinnoxyd reduciert wird nicht zum Theil als solches in der Schlacke aufgelöst bleibt; wie auch, um zu verhüten, dass sich nicht von dem so leicht rdablen Zinn, nachdem es bereits hergestellt war, ein Theil rch etwa zutretende Luft (welche nicht vollständig abgehalten rden kann, da man den bei der Reduction sich entwickelnden en einen Ausweg lassen muss), von neuem oxydiere, ist es hwendig, für eine grosse Kohlenmenge bei der Reduction sorgen. Man könnte dieses nun wohl durch einen starken atz von Kohlenstaub oder von Pech, Stärkemehl oder ker erreichen, allein diese starke Einmengung kohlehaltiger rper würde leicht einen guten Fluss der Schlacke und das ammeln zu einem einzigen Zinnkorne behindern können. Es daher zweckmässig, auf die wie oben vorgerichtete Probe ächst einen runden geschnittenen Kohlendeckel (wie auf eine chickte Eisensteinsprobe) zu legen und den Tiegel mit einem ndeckel zu versehen, der etwas, aber nicht luftdicht, auf- ert wird. Da die Reduction des Zinnoxydes, eben so wie bei n Eisensteinsproben die Reduction des Eisenoxydes, durch das Tiegel entstehende Kohlenoxydgas bewirkt wird, so ist eine mittelbare Berührung von Zinnoxyd und Kohle nicht erforderlich, d da nun der Kohlendeckel nach beendigter Schmelzung bei n nicht völlig verzehrt ist, so hat man hierdurch die Über- g, dass die Probe stets mit einer passenden reducierenden phäre in Berühr von einer solchen umgeben ge- ist.

Statt des Kohlendeckels kann man ein Stückchen Ko
das Kochsalz legen. Der Tiegel wird in einem scharf zie
Windofen oder vor dem Gebläse einer 1—5/4stündigen We
ausgesetzt. Ist das Gebläse sehr kräftig, so genüge
3/4 Stunden oder noch weniger und man hat dann das Sc
nicht unnöthig lange fortzusetzen, weil sonst zu beso
dass das alkalische Flussmittel die Tiegelwände durchfr

Vor dem Aufschlagen des Tiegels muss man dies
ständig erkalten lassen, da das Zinnkorn im Tiegel se
flüssig bleibt.

Die Reinheit des ausgebrachten Zinnkorns lässt sich e
durch seine eigenthümliche zinnweisse Farbe, seine Deh
welche durch Beimischungen von Kupfer, Eisen, Ar
Antimon verringert wird; ferner durch sein Verhalten ge
Magnet, da feine Spähnchen von Zinn, welches Eisen
wenigstens unter Wasser dem Magnete etwas folgsa
Zeigt sich das ausgebrachte Zinnkorn nicht als reines
ist die Probe zu verwerfen und eine neue zu beginn
welcher man dann beim Rösten und Digerieren sorgfä
verfahren hat. Zeigt sich das Zinnkorn rein und stim
geschmolzene Probe und Gegenprobe, so verdient das au
Wege erhaltene Resultat Vertrauen.

Enthält ein Probiergut ausser Zinnoxyd noch Ble
z. B. eine Emaille) oder Wismuth, so steht zwar d
Zinngehalt durch die dokimastische Probe abzuscheide
weder Blei noch Wismuth lassen sich vollständig durch
gegebene vorgängige Digestion mit Salzsäure entferne
ausgebrachte Zinnkorn wird blei- und wismuthhal
fallen. Will man dennoch aus dem so verunreinigten Z
den Zinngehalt bestimmen, so muss es mit chemisch rei
petersäure digeriert werden. Das entstandene Zinnox
vollständig ausgewässert (ist Wismuth vorhanden, so mu
mit wässerigem Alkohol geschehen), gesammelt, getrock
glüht und gewogen.

100 Theile Zinnoxyd entha 51

§. 101. Proben für siliciertes Zinnoxyd.

Körper, welche neben Eisensilicaten das Zinn ganz oder theil- Allgemeines.
e als Zinnsilicat enthalten, wie z. B. beim Verschmelzen der
erze gefallene schwarze schwere Schlacke (Steinschlacken)
beim Umschmelzen dieser Steinschlacken erfolgte eisen-
lulreiche Schlacken, mit mehr oder weniger eingemengten Zinn-
ern, geben bei der dokimastischen Probe kein genaues Re-
t. Eine Behandlung mit Salzsäure würde nicht den
sichtigten Zweck erreichen lassen. Behandelt man solche
acken nach Art der Bleiproben, so erhält man entweder
kein, oder doch zu wenig Zinn; behandelt man sie nach
der Eisensteinsproben in hoher Temperatur im Kohlentiegel,
rhält man Legierungen aus Zinn und Eisen, die jedoch keine
tante Zusammensetzung zeigen. Keine der vorhergehenden
hoden liefert hier richtige Resultate und es kann folgendes
fahren eingeschlagen werden, welches Plattner [1]) für die
ntitative Ermittelung des Zinngehaltes in Schlacken vor dem
rohre angibt.

Die Schlackenprobe wird in einem eisernen Mörser gepulvert, Verfahren.
Pulver gut durcheinander gemengt und je nach der Grösse
eingemengten Zinnkörner 1 oder mehrere Probiercentner
ewogen. Nachdem sodann aus dem Abgewogenen die frei
enden grösseren Zinnkörner mit der Pincette herausgesucht
den, wird das Pulver in kleinen Portionen im Achatmörser
glichst fein gerieben und jedesmal die Schlackentheile von
schweren Zinntheilen mit Wasser in ein Becherglas so lange
eschlämmt, bis alle Schlackentheile vom Zinn weggespült
l. Letzteres wird getrocknet und mit den ausgesuchten Zinn-
nern gewogen, während man die abgeschlämmte Schlacke
iltriert und trocknet.

Nachdem man das 12—15fache der Schlacke saures schwefel-
res Kali oder Natron in einem Thon-, Porzellan- oder Eisen-
el unter der Muffel eingeschmolzen, trägt man das Schlacken-
orsichtig in die geschmolzene Masse ein und steigert die
tur so lange, bis keine unveränderten Schlackentheile

[1]) Probierkunst mit dem Löthrohr. 1853, pag. 651.

mehr wahrzunehmen sind und das Aufsteigen von Gasb nachlässt. Die geschmolzene Schlacke wird sodann mit he salzsaurem Wasser behandelt, wobei die Basen der zers Silicate sich grösstentheils auflösen, während die Kieselerd dem Zinnoxyd und mit mehr oder weniger Wolframsäure, solche überhaupt vorhanden, zurückbleibt. Der Rückstand filtriert, ausgesüsst, getrocknet und in gewöhnlicher Weise ciert. Das ausgebrachte Zinnkorn muss völlig dehnbar sein Gewicht des metallischen Zinnes kann leicht auf Zinnoxy gerechnet werden, da 100 Theile von ersterem 127,2 Thei letzterem geben.

§. 102. Probe für Legierungen von Zinn und

erfahren. Wenn es bei aus Zinn und Blei bestehenden Legier nur auf eine annähernde Gehaltsbestimmung ankömmt, so man solche aus dem specif. Gewichte der Legierungen bere Kupffer [1]) hat nach seinen genauen Versuchen das speci wicht solcher Legierungen wie folgt ermittelt:

Legierungsverhältnisse	Specif. Gewicht	Legierungsverhältnisse	S G
1 Thl. Zinn + 1 Thl. Blei	8,8640	1 Thl. Zinn + 4 Thl. Blei	1
2 - - + 3 - -	9,2653	3 - - + 2 - -	
1 - - + 2 - -	9,5535	2 - - + 1 - -	
2 - - + 5 - -	9,7701	5 - - + 2 - -	
1 - - + 3 - -	9,9387	3 - - + 1 - -	
3 - - + 7 - -	10,0734	Bestes Englisches Zinn . .	
		- - Blei . .	

Das angegebene spec. Gwicht ist auf das spec. Gewich Wassers bei 4,1° bezogen. Man hat sehr darauf zu sehen, die hydrostatisch zu untersuchende Legierung dicht gegoss und keine Löcher und Poren enthält.

[1]) Karstners Archiv für die gesammte Naturlehre, Bd. 8, p. 33 diesen Versuchen geht auch hervor, dass Zinn und Blei, wen sie mit einander verbindet, ein grösseres Volum annehmen, Rechnung nach sein dürfte, daher ein grösseres spec. Gewicht Nur wenn man 2 Raumtheile Zinn mit 1 Raumtheil Blei verbi findet weder Zusammenziehung noch Ausdehnung statt; das Gewicht der Legierung ist dann 8,6375.

Zwölfter Abschnitt.

Proben auf Nickel.

§. 103. Allgemeines.

arstellung des Nickels, gewöhnlich für die Argentan- bestimmt, werden entweder die reinen Nickel- h wohl nickelhaltige Arsenkiese und Eisen- r die auf den Blaufarbenwerken fallenden Speisen iese Körper kommen daher vorzugsweise, seltener da- rweitige Hütten- und Kunstproducte als Probier- ckel in Betracht. Proben auf trockenem und nassem Wege.

brauchbare Nickelprobe auf trockenem Wege war früher mein bekannt und erst in neuerer Zeit hat Plattner rkunst mit einer solchen bereichert. Einzelne Nickel- waren schon früher im Besitz einer Nickelprobe auf Wege, welche von der Methode Plattner's völlig und die in einer Ausscheidung des Nickelgehaltes im ch derselben Methode besteht, welche man zur Dar- s Nickels im Grossen befolgt. Plattner's Methode Quantitätsbestimmung des Nickels ist aber die vor- und darf dieselbe mit Recht den Nickelfabrikanten le für ihr Ausbringen und ihre Verluste empfohlen

lokimastischen Nickelproben auf nassem Wege sind her, als die von Plattner angegebene Methode, ohne auf einen grösseren Grad von Genauigkeit Anspruch rften.

oft räthlich, in den auf analytischem Wege erhaltenen Ge- n Nickeloxyd, Kobaltoxyd, Eisenoxyd &c. das Nickel dokimastische Probe zu bestimmen. Namentlich ge- ausgezeichnet bei [illegible] von Nickel vor dem).

—

ner, die Pro

§. 104. Plattner's Nickelprobe auf trockenem Wege.

Geschichtliches.

Bereits früher [1]) hat Plattner eine Methode angegeben, den Nickelgehalt auf trockenem Wege zu bestimmen, welche aber bei einem grösseren Gehalte des Probiergutes an Antimon und an Kupfer ungenügende Resultate gibt und eine Zuhülfenahme des nassen Weges erfordert. Später [2]) ist von demselben ein systematisches Verfahren kennen gelehrt, einen Gehalt an Kobalt, Nickel, Kupfer, Blei und Wismuth in Erzen, Hütten- und Kunstproducten zu bestimmen.

Theorie.

Dasselbe erfordert viel Übung und Aufmerksamkeit und besteht im Allgemeinen darin, die Probesubstanz geröstet (wenn sie Schwefelungen enthielt) oder ungeröstet zur Bildung von Arsenmetallen mit metallischem Arsen zu glühen (das Arseniciren) und die geglühte Masse mit geeigneten Zuschlägen zu schmelzen, wobei sich unter Verschlackung der etwa vorhandenen Erden und unter Ausscheidung von Blei, Wismuth und Antimon &c. die Arsenmetalle des Eisens, Kobalts, Nickels und Kupfers in Gestalt eines spröden Kornes ausscheiden.

Die weitere Trennung der Arsenmetalle beruht darauf, dass sich bei einem oxydierenden Schmelzen derselben mit Borax zuerst Arseneisen, dann Arsenkobalt, Arsennickel und endlich Arsenkupfer verschlackt und durch gewisse Kennzeichen angedeutet wird, wenn die Verschlackung einer jeden dieser Arsenverbindungen, welche bis auf das Arseneisen eine constante Zusammensetzung haben, vollendet ist.

Zunächst wird durch Borax Arseneisen weggeschafft, dann das zurückbleibende Korn durch Glühen auf einer Cokescapelle von überschüssigem Arsen befreit, worauf die constanten Arsenverbindungen Co^4 As, Ni^4 As und Cu^6 As zurückbleiben, welche man auswiegt. Hierauf findet die Scorification des Co^4 As mittelst Borax statt und aus der dabei entstehenden Gewichtsdifferenz lässt sich der Gehalt an Kobalt finden.

Co^4 As enthält 61,1 Co und 38,9 As.

---

[1]) Bergwerksfreund VII., 113.

[2]) Plattner, Beitrag zur Erweiterung der Probierkunst. Freiberg 1846.

War kein Kupfer vorhanden, so besteht das zurückbleibende aus

Ni^4 As mit 61,2 Ni und 38,8 As.

Durch die Anwesenheit des Kupfers wird die Bestimmung des ls umständlicher gemacht. Das Korn muss noch weiter Borax oder Phosphorsalz behandelt werden, wobei sich zu- Ni^4 As verschlackt, dabei aber auch Arsen vom Cu^6 As mit eht, so dass dieses nicht als constante Verbindung erhalten en kann.

Man macht deshalb das Arsenkupfer bei Zusatz von einer genen Menge Gold oder Silber mit Phosphorsalz oder Borax berechnet das gefundene Kupfer auf Cu^6 As und zieht n Gewicht von dem Gesammtgewicht des Ni^4 As und Cu^6 b, wo man dann die Menge des vorhanden gewesenen As findet, aus der sich der Nickelgehalt berechnen lässt.

Die einzelnen Manipulationen werden in folgender Weise führt: Verfahren.

1. Das Rösten. Dieser Operation müssen alle diejenigen anzen unterworfen werden, welche Schwefelungen, z. B. efel-, Kupfer-, Arsenkies, Schwefelblei, Schwefelwismuth, efelantimon &c. oder auch schwefelsaure Salze enthalten. einen Schwefelgehalt des Probiergutes würde beim dem- tigen Schmelzen mit schwarzem Fluss eine Verschlackung Kupfers veranlasst werden.

Das Rösten geschieht ganz wie bei der Kupferprobe (p. 195) Probiercentner Erz, entweder anfangs für sich, oder gleich einem Zusatz von Kohlenstaub oder Graphit. Zur völligen rnung des Schwefels, zur Gaarröstung, muss noch ein Zu- von 60 Pfund kohlensaurem Ammoniak gegeben werden. er Schwefel in Gestalt von Gyps, Schwerspath oder wefelalkalien, letztere z. B. in nickelhaltigem Ge- z der Argentanfabriken anwesend, so lässt er sich diese Röstung nicht entfernen und derartige Substanzen rfen dann noch einer Vorbereitung zur Röstung. Diese be- bei Erzen &c., welche Schwefelungen und Ars[illegible] en enthalten, darin, dass man [illegible]

nach Art der später zu beschreibenden Lechproben mit 1 Centner Boraxglas, 1 Centner Kali- oder Natronglas und 10 Pfund Kolophonium gemengt und mit 3 Centner Kochsalz bedeckt in einer Bleitute unter der Muffel oder im Windofen $^1/_2$—$^3/_4$ Stunden lang auf Rohstein verschmilzt, welcher dann geröstet wird.

Ist die Probesubstanz frei von Schwefelungen und Arsenverbindungen, enthält sie dagegen neben Gyps, Schwerspath &c. erdige Bestandtheile oder Metalloxyde, so schlägt man bei dem Rohsteinschmelzen noch 10—30 Pfund metallisches Arsen zu, indem man dasselbe mit dem Erz zusammenreibt und dann die Beschickung zumengt.

Damit das in den Rohstein eingehende, durch Einwirkung von Schwefel auf den Borax erzeugte Schwefelnatrium durch Übergehen in schwefelsaures Natron beim Rösten demnächst nicht störend einwirkt, muss der gepulverte Rohstein mit heissem Wasser auf einem Filter ausgelaugt werden.

Aus nickel- und kupferhaltigem Gekrätz kann man auch auf nassem Wege einen Gehalt an Schwefelalkali abscheiden. Schwefelsaure Verbindungen müssen mit Kohlenstaub gut abgeröstet werden.

Das Röstgut enthält die freien Metalloxyde von Nickel, Kobalt, Eisen, Kupfer, Zink und Antimon, schwefelsaures Bleioxyd, welches durch kohlensaures Ammoniak eben so wenig zerlegt wird, wie das gebildete basisch arsensaure Nickel- und Kobaltoxyd, welche als neuntel arsensaure Salze, 9 RO, AsO^5, zurückbleiben.

Einer solchen Röstung bedürfen unter andern nachstehende Mineralien und Producte:

Amoibit Ni^4 (S^6, As^3) mit 37,3 Ni; Antimonnickelglanz Ni S^2 + Ni (Sb, As) mit 26,8 Ni; Arsennickelglanz (Ni, Fe) + (S^2, As) mit 26—32,6 Ni; Eisennickelkies Ni S + 2 Fe S mit 22 Ni; Glaukodot (Co, Fe, Ni) S^2 + (Co, Fe, Ni) As mit 24 Co und einer Spur Nickel; Kobaltarsenkies (Fe, Co) S^2 + (Fe, Co) As; Kobaltglanz Co S^2 + Co As mit 35,5 Co; Kobaltkies RS, R^2S^3 mit 33—42 Ni und 11—22 Co; Haarkies NiS mit 64,8 Ni; Nickelwismuthglanz mit 22,4 Ni, 11,6 Co, 10,4 Bi und 11,5 Cu; aufbereitete Nickel- und

Kobalterze, Bleispeise und Bleistein, nickel- und kobalthaltiger Rohstein &c.

Auch erfordern nachstehende Mineralien &c. eine sorgfältige Abröstung mit Kohlenstaub, in denen sich Kobalt und Nickel im oxydierten Zustande an Schwefelsäure, mit oder ohne Arsensäure gebunden befindet, z. B. Kobaltvitriol (CoO, MgO) SO^3 + HO mit 15,7 Co; im Grossen geröstete Nickel- und Kobalterze, geröstete Speisen und Leche &c.

2. Das Arsenicieren. Enthält eine schwefelfreie Probesubstanz schon eine hinreichende Menge Arsen, — z. B. Kupfernickel Ni^2As mit 44 Ni; Weissnickelkies NiAs mit 28,2 Ni; Speisskobalt Co As mit 15—28 Co incl. Ni; Hartkobaltkies Co^2As^3 mit 20,8 Co; Kobaltblüthe 3 CoO, AsO^5 + HO mit 29,5 Co; Kobaltbeschlag mit 12,5—14,1 Co; Nickelblüthe 3 NiO, AsO^5 + 8 HO mit 29,5 Ni; manche Nickel- und Kobaltspeisen, — so ist diese Operation nicht erforderlich, dagegen aber bei den sub 1. bezeichneten Substanzen, sowie bei allen denjenigen, welche Kobalt- und Nickeloxyd an Kohlensäure und Kieselsäure gebunden enthalten, z. B. Erdkobalt, Nickelsmaragd (NiO, Co^2 + 4 HO) + 2 NiO, HO mit 46,2 Ni, Smalte, Schlacken, die bei der Analyse ausgefällten gemengten Oxyde des Nickels, Kobalts und Eisens, welche letztere nach Plattner dadurch erhalten werden können, dass man die nickel- und kobalthaltige Substanz in Lösung bringt, aus derselben durch Schwefelwasserstoffgas Cu, Pb, Bi, As und Sb ausfällt, die Flüssigkeit durch Zusatz von etwas Salpetersäure oder chlorsaurem Kali in Oxyd verwandelt, das Ganze bei Zusatz von etwas Schwefelsäure zur Trockne dampft, die trockne Masse in der Wärme mit Wasser behandelt, filtriert, aus dem Filtrat das Eisenoxyd durch kohlensaures Natron als basisch schwefelsaures Eisenoxyd ausscheidet und endlich durch Ätzkali Nickel- und Kobaltoxyd mit etwas Zink und Mangan fällt. Der Niederschlag wird mit kochendem Wasser ausgewaschen, getrocknet und geglüht.

Ferner kommen zum Arsenicieren nickel- und kobalthaltige Legierungen, z. B. Schwarzkupfer, Argentan, käufliches, noch unreines Nickelmetall &c. Lassen sich

derartige Substanzen nicht zerfeilen, feinreiben oder lamellieren und zerschneiden, so arsenicieren sie sich nur auf der Oberfläche, in welchem Falle man die einmal arsenicierte Substanz im Mörser zerstückelt und nochmals mit halb soviel Arsen, als zuerst, behandelt. Mangel an Arsen gibt sich durch grosse Strengflüssigkeit der Probe zu erkennen.

Behuf der Arsenicierung wird die gut geröstete Probe oder von nicht gerösteten Substanzen 1 Probiercentner, oder bei fein zu zertheilenden Legierungen ½ Probiercentner mit 1 Probiercentner metallischen Arsens (pag. 122) vorsichtig damit zusammengerieben und in einer bedeckten Bleitute unter der rothglühenden geschlossenen Muffel so lange (8—10 Minuten) erhitzt, bis keine, zuweilen brennende Arsendämpfe mehr entweichen. Man lässt alsdann die Tute bei aufliegendem Deckel erkalten und erhält je nach der Leichtschmelzigkeit der Arsenmetalle entweder ein geschmolzenes Korn oder nur eine gesinterte Masse. Dieselbe enthält in Folge der reducierenden Einwirkung des Arsens auf die Metalloxyde und der nachherigen Verbindung mit den hergestellten Metallen: Cu^4 As, Pb^4 As, Co^2 As, Ni^2 As und Fe^2 As.

Ein Theil des Eisenoxyds bleibt als Oxyduloxyd zurück, schwefelsaures Bleioxyd wird in Schwefelblei, antimonige Säure und Wismuthoxyd in Arsenantimon und Arsenwismuth umgewandelt; Zinkoxyd bleibt unverändert.

Eisenfreien oder eisenarmen Substanzen setzt man vor dem Arsenicieren 1—6 Procent Eisenfeile zu, falls Eisen nicht bei der nachfolgenden Operation durch die Abscheidung von Blei oder Wismuth in die Probesubstanz kommt. Durch einen solchen Eisenzusatz wird beim demnächstigen Schmelzen mit Borax einer zu frühen Verschlackung des Kobalts vorgebeugt.

3. Vereinigung der gebildeten Arsenmetalle zu einem Korne bei gleichzeitiger Ausscheidung des Wismuths, Bleies und Antimons, sowie der Verschlackung erdiger Bestandtheile. Bei einem Gehalte an Blei thut man zu der Probe in der Tute, wenn letztere beim Glühen ohne Risse geblieben ist und einen hellen Klang gibt (andernfalls muss eine neue Tute genommen werden) 10—20 Pfund dicken Eisendraht (pag. 177) zur Abscheidung des Bleies

s dem Schwefel- und Arsenblei, überschüttet beides mit einem
menge von 2 Centner schwarzem Fluss (oder Pottasche und
hl) und ½—1 Centner Boraxglas (von letzterem um so mehr,
weniger Erden vorhanden sind, damit hinreichend Schlacke
tsteht und der schwarze Fluss sich nicht mit dem als Decke
nenden Kochsalze vereinigt und so zur Schlackenbildung wenig
iträgt) und bedeckt das Ganze mit etwa 3 Centner gereinigtem
chsalz, auf welches noch ein Stückchen Kohle kommt. Die
obe wird etwa bei Kupferschmelztemperatur einer 25—30 Min.
gen, allmählig wachsenden Hitze im Muffelofen oder einer
was längeren im Windofen ausgesetzt, wenn erst nach dem
-Brand-Gerathen sämmtlicher Kohlen die erforderliche Hitze
rhanden ist.

Bei einer gut gerathenen Probe findet sich nach dem Er-
lten und Aufschlagen der Tute unter einer gut geflossenen,
hwarzen oder dunkelgrünen, glasigen Schlacke, über welcher
ch die geschmolzene hellgraue, nicht anders gefärbte Kochsalz-
cke befindet, ein Korn von Arsenmetallen, an welchem unter-
er seitwärts sich metallisches Blei ausgeschieden hat. Eine
the Schlacke und Kochsalzdecke deutet auf verschlacktes Kupfer.
s Blei wird entweder mit der Kneifzange losgemacht, oder,
nn dies nicht gut geht, mit einem Messer abgeschnitten oder
s spröde Arsenmetallkorn im Stahlmörser (Taf. IV. Fig. 80)
kleint und das Blei davon befreit. Man wickelt in solchem
lle die zerkleinten Arsenmetalle, mit einigen Probierpfunden
lophonium vermengt, fest in ein Papier. Das Kolophonium
tzt beim demnächstigen oxydierenden Schmelzen zur Ver-
lackung des Arseneisens die andern Arsenmetalle auf diese
t vor einer möglichen theilweisen Oxydation.

Die Abscheidung des Bleies geschieht so genau, als dies nach
er trockenen Probe überhaupt möglich ist. Dasselbe enthält
r Spuren von Kupfer, fast alles im Probiergute enthaltene
ber und', wenn Wismuth und Antimon vorhanden waren,
ch diese Metalle, welche dasselbe spröde ma·

Bei Abwesenheit von Blei und Anweser
rd letzteres zwar auch durch den Ei
sselbe lässt sich aber wegen sein

Arsenmetallen nicht trennen. In solchem Falle setzt man der Probe vor dem Arsenicieren 10—20 Pfund Kornblei und beim Schmelzen 15—25 Pfund Eisen zu, wo sich dann das Wismuth mit dem Blei ausscheidet und dessen Übergewicht den Wismuthgehalt ungefähr anzeigt. Dabei ist zu berücksichtigen, dass ungefähr 4 Procent Blei beim Schmelzen verloren gehen.

Man kann auch das Blei und Wismuth auf nassem Wege trennen. Man löst das ausgeplattete Korn in Salpetersäure auf, dampft die Lösung mit Schwefelsäure fast zur Trockne, setzt Wasser hinzu und filtriert das schwefelsaure Bleioxyd ab. Dasselbe wird geglüht, gewogen und daraus der Bleigehalt berechnet. Aus der schwefelsauren Lösung fällt man das Wismuth durch kohlensaures Ammoniak aus, bringt den Niederschlag aufs Filter und reduciert denselben nach dem Aussüssen und Trocknen mit 1 Probiercentner schwarzem Fluss bei einer Kochsalzdecke in einer Bleitute, welche etwa ¼ Stunde unter der Muffel erhitzt wird.

Auch bei einem bedeutenden Antimongehalt wird ein solcher Bleizuschlag zur Entfernung des Antimons erforderlich.

3. Abscheidung des Arseneisens und des Zinks von den Arsenmetallen des Kobalts, Nickels und Kupfers durch ein oxydierendes und solvierendes Schmelzen mit Borax auf dem Gaarscherben. Die Arsenmetalle werden auf einen mit glühenden Kohlen umgebenen, mit 50—75 Pfund Boraxglas versehenen, fast weissglühenden Scherben (Taf. III. Fig. 65) aufgesetzt und bei möglichst hoher Temperatur und geschlossener Muffelmündung rasch, damit sich kein Arsenkupfer oxydiert und Kupfer verschlackt wird, in Treiben gebracht. Dann wird die Muffel theilweise geöffnet, die eine dampfende blanke Oberfläche zeigende Probe der Muffelmündung etwas näher gezogen und die Temperatur so hoch gehalten, dass sich auf dem Korne kleine, in den Borax übergehende Oxydhäutchen bilden. Bei zu hoher Temperatur bleibt das Korn blank und bei zu niedriger Temperatur oder, wenn zu viel Luft zutritt, überzieht sich dasselbe mit einer dicken Oxydhaut und man erkennt dann den Fortgang des Processes an dem fortwährenden Zucken. Überzieht sich das Metall ohne dass die Temperatur erniedrigt wurde, mit einer Kr

ist, z. B. bei eisenreichen Substanzen, Mangel an Borax vor-
nden. Man nimmt dann die Probe aus dem Feuer, schlackt
ch dem Erkalten das Korn aus und setzt dasselbe auf einen
uen, mit Borax versehenen Gaarscherben. Dasselbe muss
schehen, wenn die Probe etwa erstarren sollte, was übrigens
nlichst zu vermeiden ist. Das Arseneisen ertheilt bei seiner
flösung als basisch arsensaures Eisenoxyduloxyd und Eisen-
yduloxyd, unter Entlassung von Arsen, dem Borax eine
ue bis schwarze Farbe, und das erstere Salz scheidet
h zum Theil in kupferrothen Blättchen auf der Oberfläche der
hlacken, welche dadurch strengflüssiger werden, aus. Mit dem
seneisen werden auch Zink und Antimon verschlackt, theil-
ise aber auch verflüchtigt. Ist das Eisen fast ganz aufgelöst,
nimmt man zuerst am untern Rande der Probe blanke Stellen
hr, und so wie dieselben grösser werden, nimmt man die
sendämpfe ausstossende Probe als vollendet heraus. Man ist
nn sicher, dass sich kein Kobalt, Nickel und Kupfer verschlackt
t, was auch die grüne Färbung der Schlacke anzeigt. Das
Korne noch vorhandene wenige Eisen wird bei der nächsten
peration vollends abgeschieden.

Man lässt die aus dem Ofen genommene Probe etwas er-
lten und kühlt sie dann rasch ab, indem man den Scherben
st auf Wasser hält und ihn dann rasch durch dasselbe hin-
rchzieht. Durch einige leichte Hammerschläge lässt sich das
rn entschlacken.

5. Verflüchtigung des bei den Arsenmetallen
ch vorhandenen überschüssigen Arsens. Um die
senmetalle in die constanten Verbindungen von Co^4As, Ni^4As
d Cu^6As zu verwandeln, setzt man das Korn mit ½—1 Pro-
erpfund Boraxglas in Papier gewickelt auf eine Kohlencapelle
af. IV. Fig. 76, 77), welche in der Muffel bereits zum Weiss-
ühen erhitzt ist. Man schmilzt bei geschlossener Muffel mög-
hst rasch ein und befördert dies wohl dadurch, dass man die
itte der Capelle mit einer glühenden Kohle bedeckt. Sobald
s Metall eine glühende Oberfläche z ft. so lässt
an Luft bei einer mässigen Tem ten, bis
e Dampfentwickelung, namentlicl r Probe,

fast aufgehört hat, die Verbindung selbst bei starker Hitze Bestreben zeigt, sich mit einem Oxydhäutchen zu überziehen das Korn bei einem vorwaltenden Kobalt- oder Nickelge bald mit matter, schwarzer Oberfläche erstarrt. Bei noch sta Dampfen wird die Capelle nochmals in den Ofen gebracht

Der geringe Boraxzusatz soll neben einer Verschlackun noch vorhandenen wenigen Eisentheilchen das sich bei hinreichend hoher Temperatur leicht bildende Häutchen arsenigsaurem Kobaltoxydul wegnehmen, welches die flüchtigung des Arsens verhindern würde. Das a löste Kobaltsalz reduciert sich in Berührung mit Kohle wi zu Arsenkobalt. Sollte bei zu weit sinkender Temperatur Häutchen zu einer Kruste anwachsen, so muss das Korn Kruste in einer Probiertute mit 1 Centner Boraxglas, 10 Pfund Arsen und etwa 2 Centner schwarzem Fluss unter Kochsalzdecke bei aufgelegtem Kohlenstückchen wieder in früheren Zustand gebracht werden.

Enthielt das Korn viel Arsenkupfer und wenig Arsen und Arsenkobalt, z. B. bei nickelhaltigem Schwarzkupfer darf die Erhitzung auf der Kohlencapelle nur eine ganz k Zeit und bei niedriger Temperatur geschehen, weil das stehende Cu^6As leicht einen Theil Arsen abgibt und dann Nickelgehalt zu niedrig finden lässt.

Sind die Anzeichen der Beendigung der Arsenverflüchti vorhanden, so nimmt man die Capelle heraus und lässt e erkalten. Dabei werden gewöhnlich noch einige Arsendä ausgestossen. Man kühlt sodann das mit der Pincette a hobene Metallkorn nebst Boraxschlacke, welche grünlich bläulich gefärbt ist, mit einigen Tropfen Wasser ab, worau beide leicht trennen lassen. Das Korn, welches jetzt aus constanten Verbindungen von Co^4As, Ni^4As und Cu^6As be wird gewogen.

6. Bestimmung des Kobaltgehaltes. Das in P gewickelte Korn wird in einem in der stark rothglühenden M mit Kohlen umlegten, fast weissglühenden Gaarscherben, welchem vorher 10—30 Pfund Boraxglas eingeschmolzen bei geschlossener Muffelmündung zum Treiben gebracht

n der Scherben nahe an die theilweise geöffnete Muffelmün-
g gerückt. Bei einer passenden Temperatur bleibt
Oberfläche des Metallkornes blank, ohne gerade zu spiegeln,
bildet sich dabei viertel arsenigsaures und auch arsensaures
altoxyd, welches augenblicklich vom Borax verschlackt
d. Das Erscheinen eines apfelgrünen Häutchens von basisch
nigsaurem Nickeloxyd gibt bei richtig geleiteter Temperatur
Verschlacktsein des Kobalts und somit die Beendigung dieser
ration zu erkennen. Anfangs erscheinen auf dem blanken
ige einige ganz kleine Schüppchen, welche schnell über die
rfläche ziehen, dann entstehen grössere Schuppen. Um von
vollständigen Verschlacktsein des Kobalts überzeugt zu sein,
t man erstere in den Borax gehen. Unterbricht man den
cess zu früh, so erstarrt das herausgenommene Korn mit einem
warzen Überzuge und muss dann nochmals mit Boraxglas be-
delt werden.

Bei zu niedriger Temperatur überzieht sich das ganze
n im Ofen mit Oxyd, welches zu einer unbeweglichen Kruste
rden kann. Bei zu hoher Temperatur bleibt die Ober-
be noch blank, wenn schon eine Verschlackung von Nickel-
d eingetreten ist. Kleine Körner überziehen sich zuweilen,
nn man bei möglichst niedriger Temperatur treibt, mit einem
mit dem grünen Häutchen.

Die Schlacke ist blau; erscheint dieselbe dunkelviolett, so
Nickel verschlackt, indem diese Farbe durch das Blau des
balts und das Braun des Nickels entstand.

Bei Mangel an Kobalt entsteht auf der kurze Zeit blank
wordenen Oberfläche sofort das grüne Häutchen bei einer
unlichen Färbung der Schlacke. Ist viel Kobalt vorhanden,
muss man wohl mehrere Male frischen Borax anwenden.

Nach Vollendung der Verschlackung kühlt man die Probe
lelst Wassers, entschlackt und wiegt das Korn. Die Differenz
⁴ As mit 61,1 Procent Kobalt.
Enthielt das Korn kein Kupfer, so e
⁴ As mit 61 Procent Nickel aus u
ig.

7. Bestimmung des Nickel- und Kupfergeh
Nach Abscheidung des Co^4As bleibt eine Verbindung von
und Cu^6As zurück, aus welcher sich zwar — wenn m
Korn mit Borax in der vorhin angegebenen Weise so lan
handelt, bis sich kein grünes Nickelhäutchen mehr bi
das Ni^4As entfernen lässt, allein es verliert dabei auch das
kupfer einen Theil seines Arsengehaltes, so dass keine co
Arsenverbindung zurückbleibt. In Folge dessen kann der
gehalt nicht sofort aus dem Verluste berechnet, sondern
rückbleibende Korn von Arsenkupfer muss nach dem ä
Verfahren durch Einschmelzen in einer Kohlencapel
seinem Arsengehalt befreit werden. Man schmilzt bei ge
sener Muffel rasch ein, rückt nach dem Antreiben die
der theilweise zu öffnenden Muffelmündung nahe und erh
Temperatur, wie beim Silberabtreiben, so lange, bis sich
blanken Oberfläche stellenweise dünne Häutchen von
arsenigsaurem Kupferoxyd erzeugen. Dann wird eine gest
Temperatur so lange unterhalten, bis das Korn die bla
Farbe des reinen Kupfers annimmt und die sich bil
Häutchen sich nicht mehr seitwärts, sondern nach oben be
Nach dem Abkühlen und Entschlacken muss das Kupf
dehnbar sein und oberflächlich etwas Kupferoxydul en
Man berechnet alsdann das gefundene Gewicht des Kupf
Cu^6As (71,7 Cu entsprechen 100 Cu^6As), zieht das gef
Gewicht von dem bekannten ursprünglichen Gewichte der
metalle des Nickels und Kupfers ab, und erhält so das
aus dem sich der Nickelgehalt berechnen lässt.

Bei viel Nickel und dessen langsamer Oxydation un
lösung im Borax ist die vorstehende Trennungsmethod
raubend, weshalb man sich besser des neueren Freib
Verfahrens bedient, welches dem von Plattner angeg
Löthrohrprobierverfahren analog ist.

Auf einem mit vorher entwässertem und geschmo
Phosphorsalz versehenen Gaarscherben bringt man
2—3fachen Gold oder Silber in ein Papier ge
metalle, Ni^4As und Cu^6As, zum Treiben. Gol
vorzuziehen, weil dasselbe leichter rein zu

chlackung des Arsennickels geschieht bei trüber Oberfläche Kornes, und dessen Blankwerden zeigt die Abwesenheit des els an. War der Zusatz vom Gold oder Silber bedeutend, leibt die Probe blank, sonst überzieht sich dieselbe mit einer eroxydulhaut, dann treten aber die übrigen Kennzeichen der e ein. Kurz vor dem Erscheinen derselben zeigen sich nflämmchen und das Rauchen des in die Schlacke gehenden gs hört mit dem Gaarwerden auf. Das Phosphorsalz wirkt iger als Borax und bei der schwierigen Verschlackbarkeit Arsennickels sind mehrmalige Zusätze davon erforderlich. en das Ende der Operation nimmt man zur schnelleren üchtigung des Arsens wieder Borax. Das Kupfer zeigt sich erbindung mit Gold oder Silber frei von Arsen, und das rgewicht des Goldes oder Silbers ergibt den Gehalt an Kupfer. weitere Berechnung zur Ermittelung des Nickelgehaltes gehieht auf die vorhin angegebene Weise. Bei der nicht sehr chiedenen Oxydationsfähigkeit des Nickels und Kupfers ist die nung ohne Gold oder Silber viel schwieriger, die Verackung geht dabei viel langsamer, ein kleines Kupferkorn l durch den Goldzusatz vergrössert und das Austreiben des es auf der Kohlencapelle gespart. Man gibt den Nickel- Kobaltgehalt durch alle Gehaltsstufen von 1 zu 1 Pfund an.

Von der Beschaffenheit des Probiergutes hängt es ab, ob mtliche oder nur einzelne Operationen des vorstehenden Pro- verfahrens auszuführen sind, namentlich ist zu berücksichtigen, man ein schwefelfreies oder schwefelhaltiges Probiergut oder Legierung hat, ob eins oder mehrere der Metalle Blei, Wis- b, Eisen, Kobalt, Nickel und Kupfer fehlen u. dgl. Modification der Probe.

§. 105. Bestimmung des Nickels auf nassem Wege.

1. Methode von Phillips. Enthält das Probiergut Verfahren.
sen, so muss es einer vorgängigen genauen Abröstung unter
el, zuletzt mit Kohlenpulver oder Graphit, unterworfen
bis alles A ntfernt ist. Da jedoch der
lt nie eitigt werden kann, so
völlig er ganz wesentlich aller

zugesetzte Kohlenstaub vollständig wieder verbrannt sein muss, noch einem oxydierenden Schmelzen mit Salpeter und Pottasche unterworfen werden, um alles zurückgebliebene Arsen dadurch in leicht im Wasser lösliche arsenig- und arsensaure Salze zu verwandeln.

Zu der Röstung hat man sich einen (oder, ist der Nickelgehalt sehr geringe, zwei) Probiercentner des fein aufgeriebenen Probiergutes abgewogen .Nach der Röstung wird wieder gewogen, um die Menge der Zuschläge beim Schmelzen bestimmen zu können. Man berechnet die Zuschläge so, dass auf 100 Theile abgerösteter Substanz 40 Theile Salpeter und 40 Theile Pottasche kommen, mengt Alles genau zusammen und glüht es in einem Thontiegel, der etwa nur zum dritten Theile bis halb damit gefüllt sein darf, unter der Muffel oder auch bei aufgelegtem Deckel im Tiegelofen $\frac{1}{2}$—$\frac{3}{4}$ Stunden lang in allmählig steigender starker Rothglühhitze. Bei der angegebenen Menge der Flüsschen Zuschläge wird die Probe nur gefrittet und gebacken aber nicht geschmolzen sein. Ein Schmelzen wird vermieden damit sich die Masse leicht mit kochendem Wasser aus dem Thontiegel aufweichen und ohne Verlust wegnehmen lässt. Es schadet nichts, wenn bei dem Wegnehmen der Masse aus dem Tiegel auch kleine Mengen der Tiegelmasse mit weggeschlämmt werden, da sich diese doch bei der nachfolgenden Behandlung in Säuren nicht auflösen. Die Masse wird auf ein Filter gebracht und so lange mit heissem Wasser ausgewaschen, bis das ablaufende nicht mehr alkalisch reagiert.

Hierdurch wird, wenn die vorgängige Röstung möglichst vollständig war, der letzte Arsengehalt bis auf höchst unbedeutende Spuren aus dem Probiergute entfernt, auch wird durch das Wasser wohl von etwa vorhandenen Säure gebenden Metallen mit weggenommen. Das ausgelaugte Probiergut wird so weit getrocknet, dass es mit dem Filter zugleich, ohne letzteres zu zerreissen, aus dem Trichter weggenommen werden kann und hierauf mit Königswasser, welches sehr starke Portion Salpetersäure enthält, unter öfterem Umrühren anhaltend digerirt bis sich nichts mehr auflösen will. Enthielt das Probierpulver, welches jedoch nur in wenigen Fällen vorkömmt, kein Arsen

st die Röstung und das Glühen mit Salpeter nicht nöthig
es wird sogleich mit Königswasser behandelt.
Man vermeidet einen grossen Säureüberschuss, muss aber
Digerieren zuletzt bis zum Kochen der Flüssigkeit steigern,
sicher zu sein, alles im Probiergut enthaltenes Eisen bis zu
l oxydiert zu haben. Man kann sich dadurch, dass dieses
icht sei, noch überzeugen, wenn man einen Tropfen der
ng mit einem Glasstabe wegnimmt und in eine kleine Menge
nkaliumcyanid (rothes Blutlaugensalz) bringt. So lange da-
h noch eine bläuliche Färbung hervorgerufen wird, ist noch
noxydul in der Flüssigkeit enthalten und muss solche noch
er mit Salpetersäure digeriert oder ein Zusatz von chlor-
em Kali gegeben werden. Bliebe Eisenoxydul in der Lösung
alten, so würde sich ein Theil davon bei der späteren Be-
lung der Probe mit Ätzammoniak auflösen und dadurch ein
hes Resultat herbeiführen.
Die gewonnene Auflösung wird abfiltriert und der Rückstand
ständig mit Wasser ausgelaugt. Lösung und Aussüsswasser
den vereinigt weiter behandelt.
Enthielt das Probiergut Kupfer, so ist solches mit in die
ösung gegangen und muss aus dieser jetzt erst durch eine
schenarbeit durch metallisches Eisen abgefällt werden. Zu
em Zwecke wird die saure Lösung, die jetzt nicht alles Eisen
Oxyd zu enthalten braucht, durch reine Pottaschenlösung zur
ttigung der Salpetersäure neutralisiert, mit Salzsäure wieder
säuert und dann ein blanker Eisenstab hineingestellt, bis
Kupfer abgefällt ist. Hierauf wird die kupferfreie Lösung
der abfiltriert, das Kupfer ausgewässert und das in ersterer
altene Eisenoxydul bis zu Oxyd oxydiert. Dieses kann ent-
er durch ein Aufkochen mit Salpetersäure geschehen oder
h einen Zusatz von chlorsaurem Kali, welches man, um
zu heftige Wirkung zu vermeiden, in kleinen Krystallen
und nach in die Flüssigkeit einträgt.
lie Lösung wird von einer erwärmten Pottaschensolution
etzt, bis dadurch kein weiterer Niederschlag mehr
derschlag kann sehr verschieden zusammen-
aber alles Nickel und Kobalt, welches

im Probiergute enthalten war und ist frei von Kupfer, da enthält er noch alles Eisenoxyd, Bleioxyd, Wism oxyd und Zinkoxyd, welches nach der Röstung etwa zurückblieb.

War Antimon im gerösteten Probiergute noch enth so wird solches, musste man des Kupfers wegen die Zwischenarbeit einschalten, grösstentheils zugleich mit Kupfer und zwar theils metallisch, theils als Antimonoxy gefällt sein, die letzten Reste des Antimonoxydes sind dan durch die Pottasche abgefällt. Fiel die Zwischenarbeit we wird alles Antimonoxyd durch die Pottasche niedergesch Hätte man Grund, einen Urangehalt im Probiergute anzune so könnte man das kohlensaure Kali bei der Abfällung des N schlags in solchem Überschusse anwenden, dass sich in d das Uranoxyd wieder auflöst.

Der durch Pottaschenlösung erhaltene Niederschlag auf dem Filter gesammelt, vollständig mit Wasser ausgesüs noch feucht sammt dem Filter in ein Becherglas gebracht, mit Ätzammoniak, dem man, ist viel Kobalt vorhanden, Salmiaklösung zusetzt, übergossen und so lange bei öfteren rühren damit maceriert, als ein neuer Zusatz davon noch aus ihm auszuziehen vermag. Man vermeidet jedoch jede nützen Überschuss desselben und hält das Becherglas durc Glasplatte bedeckt.

Durch das Ätzammoniak wird das Nickel-, Kobalt- und oxyd, welches der Niederschlag enthielt, aufgelöst und es bl bei lange genug fortgesetzter Behandlung mit Ätzammonial so geringe Mengen davon ungelöst, dass solche für die dokimast Probe vernachlässigt werden können. Die gewonnene, oder weniger rein blau gefärbte Lösung wird abfiltriert, Rückstand mit Wasser, — welches vorher lange genug ge hat, um von aller atmosphärischen Luft befreit zu sein, — gewassert und die Lösung noch mit eben solchem W verdünnt und zwar um so stärker, je mehr Kobalt vorha ist. Sie wird hierauf in eine verkorkbare Flasche gebracht so lange Ätzkali hinzugegeben, bis durch einen weiteren Z desselben kein Nickeloxydhydrat mehr abfällt, die blaue F

rloren gegangen und eine hell- oder dunkelrothe Lösung von baltoxyd entstanden ist. Während des Absetzens des Niederhlages hält man die Flasche verkorkt, um zu verhüten, dass ch durch die Luft (weshalb man auch ausgekochtes Wasser mmt) ein etwaiger Gehalt an Kobalt durch höhere Oxydation s der Ammoniaklösung als Kobalthyperoxyd mit abscheide. mehr die Auflösung verdünnt ist, desto weniger leicht oxyert sich das Kobaltoxyd höher. Je grösser die Menge des mmoniaks in der Lösung, desto mehr Kali muss man zusetzen; i wenig Nickel entsteht erst nach einiger Zeit ein Niederschlag. mehr Kali und Salmiak man anwendet, um so reiner ist der iederschlag von Kobaltoxyd.

Das abgesetzte Nickeloxydhydrat wird entweder mit heissem Wasser decantiert oder auf einem Filter gesammelt, ganz anhaltend und vollständig mit heissem Wasser ausgewässert, getrocknet und nach vorsichtigem Einäschern des Filters geglüht nd gewogen. Aus dem erhaltenen Nickeloxyde wird der Gehalt an metallischem Nickel im Probiergute berechnet. 100 Nickelxyd enthalten 78,7 Nickel.

Will man die Anwendung des Schwefelwasserstoffgases in er gewöhnlichen Probierkunst gestatten, so kann man noch nders verfahren. Das Probiergut wird dann, es mag Arsen nthalten oder nicht, sogleich ungeröstet mit Königswasser zeretzt und darauf sehr anhaltend und lange ein Strom von Schwefelwasserstoffgas (Taf IV. Fig. 90—92) durchgeleitet, bis alles ntimon, Arsen und Kupfer abgefällt ist. Die rückbleibende ösung wird filtriert, der Rückstand mit kaltem Wasser ausgesst, dann erstere erwärmt, bis aller Geruch nach Schwefelsserstoffgas verschwunden ist, der ausgeschiedene Schwefel filtriert, ausgesüsst, darauf alles in der Lösung enthaltene Eisen f obige Art bis zu Oxyd oxydiert, dann durch Pottaschenlösung gefällt und der ausgesüsste Niederschlag ganz so mit Ätzmoniak weiter behandelt, wie oben angegeben wurde. Die wendung des Schwefelwasserstoffs bleibt aber für den Prorer stets ein Übelstand und ausserdem gehört Arsen gerade den Körpern, bei denen die Abfällung durch Schwefelwasserff mehr Vorsicht, als bei andern Metallen nöthig macht.

Die nach der Abfällung des Nickels zurückgebliebene ammoniakalische Lösung wird, ist Kobalt vorhanden, mehr oder weniger röthlich gefärbt erscheinen. Wie aus ihr der Kobaltgehalt gewonnen werden kann, wird bei der Probe auf Kobalt erörtert werden.

Geben gleich die Scheidungsmethoden von Liebig und Rose genauere Resultate, als die vorstehende von Phillips, so ist letztere doch als dokimastische Probe genügend.

Abscheidung eines Zinkgehaltes aus dem Nickeloxyd.

Sollte in dem Probiergute eine so grosse Menge Zink enthalten sein, dass sie durch die Röstung nicht zu entfernen stand (was durch den bekannten Lötbrohrversuch auf Zink mittels Kobaltsolution leicht zu ermitteln ist), so kann das ausgebrachte Nickeloxyd noch Zinkoxyd enthalten, während der grössere Theil des Zinkoxydes in der Kobalt haltenden Lösung durch Ätzkali aufgelöst zurückbleiben wird.

In diesem Falle [1]) wird das gewogene Nickeloxyd mit vollig reinem Zucker (der beim Verbrennen keine Asche zurücklassen darf, weshalb man Zucker in Alkohol auflöst und umkrystallisieren lässt) vermischt und in einem kleinen, mit einem Deckel versehenen, feuerfesten Thontiegel oder besser Porzellantiegel gebracht, der Thon- oder Porzellantiegel in einen grösseren Tiegel (etwa eine Eisensteinstute) gestellt und mit diesem vor dem Gebläse oder im stärksten Tiegelofenfeuer eine Stunde lang weiss geglüht. Anfänglich muss die Hitze sehr gelinde sein und ganz allmählig steigen, damit der Zucker erst verkohlt. Nickel- und Zinkoxyd werden reduciert. Ersteres bleibt metallisch mit Kohle verbunden zurück und das Zink raucht vollständig weg. Das metallische Nickel wird gewöhnlich nur schwach zusammenhängen. Es ist am genauesten, das kohlehaltige Nickel nicht zur Gewichtsbestimmung zu benutzen, sondern es in Salpetersäure aufzulösen, die Lösung sehr vorsichtig, am besten im Wasserbade, zur Trockne zu dampfen und das salpetersaure Nickeloxyd bei langsam steigender, zuletzt starker Glühhitze zu zersetzen.

Hat man jeden mechanischen Verlust vermieden, so ent-

[1]) Berzelius' Jahresbericht XXI., Heft II., pag. 143 in Wöhler's Übersetzung oder Erdmann's Journ., Bd. XXV., pag. 359.

richt der Gewichtsverlust, welchen das Nickeloxyd, das an jetzt gereinigt zurück gewinnt, erlitten hat, genau dem weg-triebenen Zinkoxyde. Aus dem gefundenen Gewichte des einen Nickeloxydes wird der Gehalt an metallischem Nickel erechnet.

2. Modification der Phillipsschen Methode zur eseitigung eines Eisen- und Nickelgehaltes. Enthält das Probiergut viel Eisen, so wird aus dem durch kohlensaures Kali erhaltenen Niederschlag das Nickel durch Ammoniak nur unvollständig ausgezogen und ist deshalb eine vorherige eseitigung des grössten Theiles des Eisens räthlich. Man glüht zu diesem Zwecke 1 Probiercentner der Substanz, wenn sie ureichend Schwefel enthält, für sich, oder bei Mangel an Schwefel mit einem Zuschlage von Schwefelkies in einem bedeckten Porellantiegel, wobei das anwesende Arsen zum grössten Theile vegraucht, meist vollständiger, als bei einer Röstung. Gleichzeitig verwandeln sich die vorhandenen Metalle in Schwefelungen. Wird nun die geglühte und gepulverte Substanz mit verdünnter chwefelsäure behandelt, so löst sich das Schwefeleisen meist f, während Schwefelkobalt und Schwefelnickel nur wenig angriffen und dadurch concentriert werden. Durch Digestion s von Säure befreiten Rückstandes mit Schwefelnatriumlösung ag. 221) lässt sich das noch vorhandene Schwefelarsen ausehen. Man filtriert, löst den nickel- und kobaltreichen Rückand in Königswasser und verfährt, wie vorhin (pag. 446) gegeben.

Dreizehnter Abschnitt.

Proben auf Kobalt.

§. 106. Allgemeines.

Die hauptsächlichsten Kobalterze sind Speisskobalt (Co, Erze.
e, Ni) As mit 15—28 Procent Co incl. Nickel; Glanzkobalt, $CoS^2 + Co\,As$ mit 35,5 Procent Co; Wismuthkobalterz, ein Gemenge von $(Co, Fe, Ni)^2\,As^3$ mit Wismuthglanz &c. mit

9,8 Co; schwarzer Erdkobalt, MnO^2, CoO, HO, Kobaltblüthe 3 CoO, AsO^5 + 5 HO. Von untergeordneter Bedeutung sind Hartkobaltkies $Co^2 As^3$ mit 20,5 Co; Kobaltkies (NiS, CoS, FeS) [$Ni^2 S^3$, $Co^2 S^3$ Fe^2, S^3] mit 11—22 Co und 32—42 Ni. Ausserdem findet sich das Kobalt in Speisen, Steinen, Schlacken &c.

Zweck der Proben.

Die Abscheidung des Metalles selbst ist weder Gegenstand der Hütten- noch Probierkunst. Die bei weitem häufigste und fast alleinige Anwendung des Kobalts besteht in der Benutzung des Kobaltoxydes als Blau-Färbungsmittel. Zu diesem Zwecke wird das Kobaltoxyd aus den Erzen entweder zuvor mehr oder weniger rein dargestellt und als Kobaltoxyd, auch wohl als Kobaltoxydsalz (z. B. mit Kohlensäure oder Phosphorsäure verbunden) in den Handel gebracht; oder man erzeugt aus dem vorbereiteten Erze durch Zusammenschmelzen mit Kieselerde (Quarz) und Pottasche ein blau gefärbtes Glas (Smalte, Eschel, Königsblau, Streublau, Heerdblau &c.). Zu diesem letzteren Zwecke wird die ohne Vergleich grössere Menge Kobalt verbraucht. Weit geringer ist der Verbrauch des Kobalts zu Ultramarin, Porzellanfarben &c. Die reinen Kobalterze selbst sind mitunter Handelswaare, dann auch wohl geröstete, oft mit Quarz bereits gemengte Erze (Zaffer, Safflore).

Untersuchungen zur Darstellung von Kobaltsalzen, Kobaltultramarinen, Porzellanfarben liegen ausser dem Bereiche der berg- und hüttenmännischen Probierkunst; diese erstreckt sich nur einmal auf die quantitative dokimastische Bestimmung des Kobaltoxydes in einem Erze, einer Speise &c., dann noch auf Proben zur Bestimmung der aus einem vorliegenden Probiergute zu erreichenden Menge Blaufarbenglas und auf Beurtheilung der Güte desselben.

Erstes Kapitel.

Bestimmung der Menge des aus einem Erze, einer Speise &c. darstellbaren Kobaltoxydes.

§. 107. Plattner's Methode auf trockenem Wege.

Dieselbe geht aus dem für die Bestimmung des Nickels (pag. 434) angegebenen Verfahren hervor.

§. 108. Verfahren auf nassem Wege.

Verfahren.

Man bedient sich hierzu ganz des pag. 445 für die Untersuchung der Nickelerze angegebenen nassen Weges. Die mit Salmiaklösung versetzte ammoniakalische Lösung, aus welcher man das Nickeloxyd zuletzt durch Ätzkali, wie bei den Nickelproben angeführt wurde, abgefällt hat, enthält alles in dem Erze befindliche Kobaltoxyd in Auflösung und muss solches aus dieser geschieden werden.

Es ist gut, bei der Untersuchung eines Nickelerzes nicht zu versäumen, auf einen etwaigen Gehalt an Kobalt mit Rücksicht zu nehmen; stets muss man aber bei einer Probe auf Kobaltoxyd vor dessen Fällung die Abscheidung des Nickelgehaltes vorangehen lassen.

Zur Gewinnung des Kobaltoxydes aus der vom Nickeloxyde befreiten ammoniakalischen Lösung, welche mit den Aussüsswassern vom Nickeloxydhydrate vereinigt ist, kann man auf nachstehende Weise verfahren:

1. Man dampft sie fast ganz oder bis zur Trockne ein, wobei sich das Kobaltoxyd dann während des Verdunstens des Ammoniaks abscheidet. Es wird auf dem Filter gesammelt und sehr haltend mit heissem Wasser ausgewässert, um alles Ätzkali alkalisches Salz wegzuschaffen, getrocknet und nach vorsichtigem Einäschern des Filters geglüht und verwogen. Dass sich während der Operation neben dem Kobaltoxyde etwas Kobaltsuperoxyd bildet, lässt sich nicht vermeiden und kann für die

dokimastische Probe unberücksichtigt bleiben. 100 Kobalt enthalten 78,7 Kobalt.

2. Zur genaueren Bestimmung versetzt man die ammo kalische Lösung mit Schwefelwasserstoff-Ammoniak, bis kein Niederschlag von Schwefelkobalt mehr bildet. Man diesen schwarzen Niederschlag sich absetzen, bringt ihn a kleines Filter und süsst ihn ganz vollständig mit einem W aus, welchem man ein weniges Schwefelwasserstoff-Amm hinzugefügt hat, um dadurch die Oxydation des Schwefelk durch die Luft zu vermeiden. Sodann wird das Filter Inhalt vollständig getrocknet, das Schwefelkobalt abgenor das Filter vorsichtig eingeäschert und der Rückstand zu Schwefelkobalt gethan. Dieses wird mit Schwefelsäure mit Königswaser so lange digeriert, bis sich alles Kobalt l löst hat und nur Schwefel von ganz gelber Farbe zurü blieben ist. Die Auflösung wird mit Wasser verdünnt, fi und der Rückstand ausgesüsst und nun durch Ätzkali das Kobaltoxyd abgefällt, filtriert, ausgesüsst, geglüht un wogen.

Das unverbrannte Filter mit dem Schwefelkobalt nicht mit Königswasser digeriert werden, weil sich durc Einwirkung desselben auf das Filter so viel organische M auflöst, dass diese die spätere vollständige Abfällung des K oxydes durch Ätzkali verhindert.

3. Kürzer, obgleich nicht so sehr zu empfehlen, ist es Schwefelkobalt unter der Muffel zu Kobaltoxyd zu verröste zuletzt wiederholt Kohlenpulver zuzusetzen, um allen Sch wegzubringen.

4. Es ist bereits beim Nickel angeführt, dass, wen Probiergut Zink enthielt, von diesem in der ammoniakali Lösung enthalten sein kann. In diesem Falle fällt dan durch obige Methoden gewonnene Kobaltoxyd zinkoxyd aus. Die Menge desselben wird genau auf dem für das N oxyd angegebenen Wege bestimmt und weggeschafft (pag.

Liebig's Nach Liebig wird das durch Rösten von Arsen mög befreite Kobalterz mit Schwefelsäure behandelt, zur Trock dampft, der Rückstand geglüht und die geglühte Mass

eissem Wasser ausgelaugt, wobei eine Kobaltlösung erfolgt. Es eruht dieses Verfahren auf der Unzersetzbarkeit des schwefel- auren Kobaltoxyduls und der Zerlegbarkeit des schwefelsauren isen- und Nickeloxydes in gelinder Glühhitze. Hat sich Arsen- äure gebildet, so bleibt dieselbe als arsensaures Salz, nament- ch als arsensaures Eisenoxyd, ungelöst im Rückstand. Sollte iel Arsensäure vorhanden sein, so hält diese auch Kobalt unge- öst zurück, wenn sie kein Eisenoxyd mehr vorfindet. Es ist eshalb bei Mangel an Eisen räthlich, etwas Eisenvitriol und inige Tropfen Salpetersäure dem Kobalterz beim Lösen zuzu- etzen.

Aus der Kobaltlösung wird das Kobaltoxyd entweder sofort urch Ätzkali in der vorhin angegebenen Weise abgeschieden, der, wenn Kupfer, Antimon und Wismuth anwesend waren, rst nach Entfernung derselben durch Schwefelwasserstoff aus urer Lösung.

Statt der Behandlung mit Schwefelsäure kann auch ein hmelzen mit saurem schwefelsauren Kali vorgenommen erden.

Diese Methode empfiehlt sich besonders zur Scheidung kleiner engen Nickel aus Kobaltverbindungen.

Für technische Zwecke genügen die angegebenen Methoden r Bestimmung des Kobaltoxydes; genauere Resultate kann an nur durch Befolgung der Vorschriften der analytischen hemie erhalten.

§. 109. Colorimetrische Kobaltprobe.

Verfahren.

Wenn es nur auf eine ungefähre Abschätzung des ehaltes an Kobaltoxyd ankömmt und man es nur mit Erzen thun hat, welche mehr in der Quantität als der Qualität ihrer estandtheile variieren (z. B. mit Erzen von einer Lagerstätte), lässt sich diese durch ein weit einfacheres Verfahren er- eichen. Man richtet sich zu diesem Zwecke zwei Reihen von lusterflüssigkeiten her. Das Kobaltmineral sei z. B. Speisskobalt, essen Gehalt man bereits durch eine dokimastische Probe be- timmt hat, so richtet man sich mehrere einzelne Posten vor; u dem einen nimmt man reinen Speisskobalt, zu dem zweiten

95 Speisskobalt und 5 der gewöhnlichen Beimengungen, zu dem dritten 90 Speisskobalt und 10 der gewöhnlichen Beimengungen &c. Man wird diese Zusammensetzungen natürlich so wählen, wie man die Erze zu erwarten hat. Jeder Posten wird sehr genau vermengt und zusammengerieben, dann von jedem eine gleiche bestimmte Menge (30—50 Probierpfunde genügen) mit Königswasser so lange digeriert, bis keine weitere Einwirkung desselben mehr stattfindet. Die Lösung von jedem Posten wird abfiltriert, der Rückstand ausgewässert und nun zu sämmtlichen Lösungen so viel reines Wasser zugegeben, dass eine jede derselben ein gleiches Volum einnimmt. Von diesen Lösungen wird dann in Gläser gegossen, welche dieselbe gleiche Form haben, am besten mit rechtwinkeliger Basis und graden Seitenflächen (siehe Kupferproben pag. 225). Diese Lösungen bilden eine Reihe der Musterflüssigkeiten. Ferner wird von jedem Posten nochmals eine gleiche Menge wie vorhin abgewogen und vollständig durch Königswasser zersetzt. Zu den gewonnenen Lösungen wird Ätzammoniak in solchem Überschusse zugegeben, dass alles in ihm Lösliche aufgenommen wird. Diese ammoniakalischen Lösungen werden ebenfalls sämmtlich bis auf ein unter sich gleiches Volum mit Wasser verdünnt und von ihnen in Gläser wie oben gegossen, die dann luftdicht verschlossen aufbewahrt werden. Diese ammoniakalischen Lösungen geben die zweite Reihe der Musterflüssigkeiten.

Soll nun der Gehalt eines Kobalterzes ähnlicher Art untersucht werden, so wird eine eben solche Gewichtsmenge von ihm abgewogen, wie man für die Herstellung jeder einzelnen Musterflüssigkeit verwandt hat (30—50 Probierpfunde), solche mit Königswasser zersetzt, die Lösung zu dem normalen Volum verdünnt und davon in ein gleichgeformtes Glas wie oben gegeben. Eine andere gleiche Gewichtsmenge der Probe wird mit Königswasser und Ätzammoniak behandelt, ebenfalls bis zum betreffenden Normalvolum verdünnt und auch davon in ein zugehöriges Normalglas gegeben. Durch eine Vergleichung der beiden so von der Probe erhaltenen Probeflüssigkeiten mit den Musterflüssigkeiten in Bezug auf Stärke und Reinheit der rothen

rbung lässt sich nun zu einer ungefähren Abschätzung des haltes an Kobaltoxyd ein genügendes Urtheil gewinnen.

Zweites Kapitel.

Proben auf Blaufarbenglas.

§. 110. Allgemeines.

Die Blaufarbenwerke pflegen sehr häufig aus der Zusammensetzung der Beschickung zu ihren verschiedenen Farbengläsern und der ganzen Darstellung derselben, so wie auch aus rem Probierverfahren ein Geheimnis zu machen.

Was man über die Proben auf Blaufarbenglas weiss, möchte va Folgendes sein:

Blaufarbenglas.

Unter Blaufarbenglas oder Smalte begreift man ein rch Zusammenschmelzen von Quarz, Pottasche und vorbeeten Kobalterzen erhaltenes, in feines Pulver verwandeltes ues Glas, von welchem je nach der Farbenschattierung und nfeinheit verschiedene Handelssorten (Königsblau, Streublau, Heerdblau, Eschel &c.) vorkommen. Das Smalte- s besteht demnach im Wesentlichen aus kieselsaurem Kali, h Ludwig [1]) wahrscheinlich blau gefärbt durch CoO, $SiO^3 + KO$, $2\,SiO^3$ und als zufällige Bestandtheile BaO, CaO, O, Al^2O^3, FeO, MnO, NiO, Fe^2O^3, CO^2, AsO^5 &c. enthaltend. s Verhältnis von Kieselerde zum Kali ist so gewählt, dass die ser an der Luft nicht im geringsten feucht werden. Die ufarbengläser werden ausser durch Flusssäure und Schmelzen Alkalien und Reagentien nicht angegriffen, auch durch Umschmelzen für sich nicht verändert.

Zweck der Saltеproben.

Man will durch die dokimastische Probe entweder erfahren, stark die tingierende Kraft eines vorliegend und wie rein und lieblich die Farbe selbst r man will untersuchen, wie viel von ei

---

) Erdm., J. f. prakt. Chem., LI., 129.

gemeinen bekannten Probiergute zur Hervorbringung ein stimmten Farbennuance erforderlich ist; oder man will zu Zwecke das Gattierungsverhältnis zweier oder mehrerer Kobalterze ermitteln oder ähnliche Fragen lösen.

Tingierende Kraft des Kobaltoxydes.

a. Die tingierende Kraft des Kobaltoxyd so gross, dass 1 Theil Kobaltoxyd noch 240 Theile Glas e bar bläulich färbt. Je reiner das Kobaltoxyd von fr Metalloxyden ist, um so reiner und schöner fällt die Far Gläser aus; je weniger Kobaltoxyd zu einer bestimmte menge kömmt, um so lichter wird die Farbe und umg Bei zu starkem Zusatze von Kobaltoxyd erscheint die Far schwarz. Der Gehalt an Kobaltoxyd in den Blaufarben des Handels ist sehr verschieden; häufig beträgt er etwa Procent. Die Blaufarbengläser kommen in den verschied Abstufungen der Farbenstärke und der mechanischen F in den Handel und werden danach verschieden beze Brechen die Kobalterze nicht sehr rein, so werden Grossen einer mechanischen Aufbereitung unterworfen, um fr auf die Färbung influierende Metallverbindungen, wie auc lich wirkende erdige Mineralien abzuscheiden. Erdkobalte l direct verwandt werden, geschwefelte und arsenicierte Er dürfen einer vorherigen Röstung. Zu der Probe auf Blau glas kommen gewöhnlich nur reine oder bereits aufbe Kobalterze; sollte dieses jedoch nicht der Fall sein u Probe ein ungenügendes Blaufarbenglas ergeben, so mu der Probe auch eine mechanische Aufbereitung (Abschlämmu im Kleinen vorgenommen werden.

Schönheit der Farbe.

b. Man weiss aus Erfahrung, dass geringe Mengen niger Säure oder Arsensäure die Schönheit Farbe erhöhen, grössere Mengen derselben aber sie l machen. Letzteres bewirken auch Blei- und Wismuth Ein geringer Nickelgehalt macht die Farbe etwas d ein grösserer macht sie violett und schmutzig. Dieses gl von Kupfer und Wolfram. Ein Eisengehalt zie Färbung ins Grünliche und ebenso sollen auch Mangan und Wismuth wirken. Am schädlichsten wirken Nick Eisenoxydul, Kupferoxyd und Manganoxyd, weniger

anoxydul, Eisenoxyd, Bleioxyd, Wismuthoxyd. Erze, welche
Kobalt nicht oxydiert enthalten, müssen geröstet werden, Rösten.
ur das Oxyd das Glas färbt. Die mit dem Kobalt zugleich
ommenden Metalle werden bei diesem Rösten entweder
ızeitig mit oxydiert oder sie bleiben bei nicht vollständiger
digung der Röstung durch das Vorhandensein des Arsens
Schwefels geschützt und bilden bei dem Schmelzen dann
m Boden des Schmelzgefässes sich ansammelndes Korn einer
efel- und Arsenverbindung (Speise). Was sich von den
ndenen fremden Metallen bei der Röstung oxydiert, geht
lem gebildeten Kobaltoxyde in das Blaufarbenglas über und
t so auf die Schönheit der Farbe ein. Bei der Röstung wird
ntlich Nickel später oxydiert, als Kobalt, auch ein Theil des
s und Wismuths. Es ist eine ganz bekannte Thatsache,
oft ein bestimmter, mehr oder weniger vorgeschrittener
der Röstung eines Kobalterzes auf die Farbe des Glases
wesentlichen Einfluss übt; manches Kobalterz färbt im
(z. B. manche Erdkobalte oder das Kobalt als Salz ent-
nde Mineralien), manches im halbverrösteten und ein anderes
möglichst todtverrösteten Zustande das Glas am schönsten.
r Umstand erklärt sich durch das Mitvorkommen und die
r oder weniger vorgeschrittene Oxydation fremder Metalle;
muss auf ihn bei Anstellung der Proben wesentlich Rück-
nehmen. Das Verfahren bei der dokimastischen Probe ist
Verfahren zur Darstellung der Blaufarbengläser im Grossen
gebildet.

Man unterscheidet in Freiberg die verschiedenen Grade
Röstens folgendermassen: ein Rösten mit viel Rauch,
n man die Röstung unterbricht, wenn sich viel Rauch von
niger Säure bildet; ein Rösten mit wenig Rauch; ein
ten ohne Rauch und ein Todtrösten mit Kohlenstaub.
ne, so wie sehr eisenhaltige Erze geben im todtge-
eten Zustande das beste Glas, indem sich im letzteren Falle
Eisen in Oxyd verwandelt. Nickel und Ko[illegible] ent-
ende Erze darf man nicht zu stark rösten. [illegible] Zu-
von Arsen beim demnächstigen Schmelzen [illegible]
lloxyde theilweise unschädlich gemacht [illegible]

das Arsen auf Kosten derselben oxydiert und sie in reduci
Zustande in die Speise gehen. Ein Zusatz von arseniger
ist bei manchen, namentlich Eisenoxydul enthaltenden
z. B. bei manchen Erdkobalten, vortheilhalt, indem dadurc
Eisen höher oxydiert wird.

Von wesentlichem Einfluss auf die Güte der Smalte is
die Feinheit des Kornes. Das Reiben der geschmo
Proben erfordert eine erfahrene Hand und das Schlämme
Geriebenen ein geübtes Auge.

Probierverfahren. Das allgemeine Verfahren zur Untersuchung eines K
erzes oder eines kobalthaltigen Hüttenproducts (Speise) au
farbenglas besteht darin, dass man 4—8 einzelne Poste
Probierguts, einen jeden 2—4 Probiercentner schwer, ab
Der eine dieser Posten wird sogleich zum Schmelzen mit
3fachen seines Gewichts sehr fein geriebenem, eisen- und ma
oxydfreien Quarze und dem $1\frac{1}{3}$—$1\frac{3}{4}$fachen seines Gewichts
Pottasche beschickt und genau vermengt. Der Pottaschen
richtet sich theils nach der Reinheit derselben, theils nac
beabsichtigten leichteren oder geringeren Schmelzbarkeit
Farbenglases. Die beschickte Probe wird in einen thön
Tiegel (Taf. III. Fig. 66) oder kleinen Glashafen gefüllt, de
einem möglichst wenig Eisen- und Manganoxyd enthalte
Thone angefertigt ist. Die anderen abgewogenen Poste
Probierguts werden, ein jeder einzeln auf einem Röstsche
gemeinschaftlich unter die Muffel eines Probierofens gebrac
verröstet. Nach einiger Zeit (10—30 Minuten) beendigt m
einem Posten die Röstung und nimmt ihn aus der Muffel
die übrigen Posten werden noch weiter geröstet. Nach w
einiger Zeit (10—30 Minuten) entfernt man von neuem
Röstscherben aus dem Ofen und röstet die übrigen Posten
fort u. s. w., merkt aber für jeden die Zeit der gegebenen
röstung an. Auf diese Art erhält man einzelne Posten des
bierguts, von denen der eine gar nicht, von den andern
eine immer stärker als der vorhergehende g
letzten Röstscherben enthaltene Posten wird
wobei man entweder keinen Kohlenstau
oder nach einem Kohlenzusatze sehr so

t, dass alle Kohle bis auf die letzten Reste verbrannt wird. der Röstposten wird, unabhängig von dem bei der Röstung ittenen Gewichtsverluste, mit dem 3fachen seines ursprüng- hen Gewichtes Quarz und dem $1\frac{1}{3}$—$1\frac{3}{4}$fachen seines Ge- chts Pottasche genau zusammengerieben und ebenfalls in einen ontiegel wie oben gebracht. In den oben bezeichneten Fällen nn ein Zuschlag von metallischem Arsen oder arseniger Säure rderlich sein. Die Thontiegel werden sodann unter der Probier- uffel oder in einem sonst dazu passenden Ofen bei angehender eissgluth geschmolzen, bis das Glas, gewöhnlich erst nach ehreren Stunden, vollständig in gleichmässigen Fluss gekommen . Nach dem Erkalten muss das Glas völlig gleichförmig sein d kein einzelnes Quarzkörnchen mehr bemerkt werden können. an kann den Tiegel an der Luft erkalten lassen oder das Er- lten auch durch Abkühlen im Wasser (Schrecken) beschleu- gen, da durch letzteres die Farbe nicht verändert wird und ch das Glas dann leichter zerkleinen lässt.

Die von den verschiedenen Posten erhaltenen Gläser werden zeln in einem eisernen Mörser zerstossen und ihre Farbe so- hl unter sich, als mit besondern Musterfarbengläsern ver- ichen, welche man behuf dieser Proben vorräthig hält. Diese stergläser bestehen ganz gewöhnlich aus den verschiedenen rbengläsern, welche die Blaufarbenwerke für den Handel dar- llen. Man hat bei dieser Vergleichung zu beobachten, dass n die bei der Probe erzeugten Gläser in einer gleichen me- nischen Zerkleinerung und Feinheit, wie sie die Mustergläser itzen, anwenden und beurtheilen muss, da die Gläser um holler werden, je weiter die Zerkleinerung geht. Da nun im Zerstossen der Gläser nicht alle Theilchen des Pulvers gleich ss werden, so rührt man das Pulver wohl in einem Glase Wasser auf und lässt den gröberen Theilen eine bestimmte t zum Absetzen, giesst sodann das Wasser mit allen suspen- rt gebliebenen Theilen in ein zweites Glas, lässt ihnen hier it zum Absetzen und giesst das auch hl in ein drittes Glas &c.;

einheit erhaltenen Gläser

feinen Mustergläsern.

Diese Vergleichung einer Probe mit den Mustern einer P
dem Korn und der Farbe nach, das sogenannte aufs Mu
legen, wird nach Ludwig auf die Weise ausgeführt, dass
zunächst durch den Augenschein ermittelt, ob die Probe zu
gröberen oder feineren, dunkleren oder helleren Grundn
passt. Das ähnlichste Muster wird mit einem Messer ebe
drückt und eine etwa erbsengrose Menge der Probe in die
Fläche eingedrückt, wobei ein geübtes Auge in einem l
nicht direct von der Sonne beschienenen Zimmer im reflec
Lichte erkennt, ob die Probe mit dem Muster an Farbe
und Korn übereinstimmt oder nicht. In ersterem Falle wi
Bestätigung etwas vom Grundmuster in die Probe einge
und das Korn mit der Loupe untersucht, wo dann dasselb
halten eintreten muss. Muster und Probe müssen vor Ans
der Vergleichung 6—8 Stunden an einem etwas feuchte
offen gestanden haben, weil feuchte Smalte dunkler ers
als trockene.

Fallen die Gläser von dem Probiergute dunkler au
die Mustergläser, so wiederholt man die Proben, inde
den auf 1 Theil des Probierguts anzuwendenden Quarzz
bei verhältnismässig erhöhetem Pottaschenzusatze vergr
Sind die durch die Probe erhaltenen Gläser zu hell geg
Mustergläser, so muss die Probe mit einem grösseren
des Probierguts wiederholt werden. Das Resultat diese
farbenproben lässt sich also nur immer vergleichungsweis
bestimmte Mustergläser ausdrücken, wobei man die Men
Erzes, welche erforderlich ist, um eine bestimmte Q
Farbenglas zu liefern, wie auch die Reinheit und Lieb
der Färbung zu berücksichtigen hat.

Man trifft selten ein Farbenmuster ganz genau un
sich demnächst durch Versetzen der Smalte mit höhere
tieferen Farben helfen.

Ist man durch diese dokimastische Probe zu einem best
Resultate gekommen über die passendste
auch über den Quarz- und Pott
nur vorsichtig das Ergebnis de
eines Blaufarbenwerkes anwe

öglich ist, die Abröstung genau so im Grossen zu regulieren, ie es bei der Probe geschah und dieses zu Abweichungen Resultate Veranlassung geben kann.

Enthält das Probiergut ausser Kobalt bedeutendere Mengen mder Metalle, namentlich Wismuth, Nickel, Eisen &c. und darf wie solches in diesem Falle gewöhnlich ist, für das Blau- benglas nicht völlig todt geröstet werden, so findet sich ein sser Theil dieser Metalle mit Arsen und Schwefel verbunden f dem Boden des Probiertiegels als ein zusammengeschmolzenes peisekorn, welches gewöhnlich noch mehr oder weniger balthaltig ist. Soll man den Werth eines Kobalterzes nach len Beziehungen beurtheilen, so darf dieses Speisekorn nicht berücksichtigt bleiben. Mitunter lässt sich diese Speise nach chmaliger gelinder Verröstung zunächst nochmals auf Blau- benglas benutzen, für sich oder mit anderen Erzen gattiert, d ist sie dann an Kobalt erschöpft, mitunter noch auf Silber ckel und Wismuth. Man hat daher eine bei der dokimastischen obe gewonnene Speise noch auf diese Metalle zu probieren.

In Freiberg schmilzt man 20—50 Pfund mit oder ohne uch &c. abgeröstetes Erz mit reiner Pottasche und reinem arz in kleinen eisenfreien Glashäfen 4—4½ Stunden bei Weiss- hitze, indem die Pottaschenmenge etwa ¾—⅘ der Quarz- nge beträgt. Je nachdem man das 1—16fache des Erzes an arz nimmt, unterscheidet man 1-, 2-, 4-, 8- und 16sandige ben, und zwar verwendet man zu den 1- und 2sandigen ben 50 Pfund, zu den mehrsandigen 20—25 Pfund Erz, indem bei den ersteren erhaltene Glas auf seine Intensität, das letzteren erfolgte auf den Farbenton, die Lieblichkeit der be, geprüft wird. Dieser gibt sich bei lichteren Farben herer zu erkennen. Freiberger Verfahren.

Aus den gut geschmolzenen Proben zwickt man mittelst r Zange einen Theil des flüssigen Glases aus, zerstösst dasernen Mörser, ohne fein zu reiben, siebt das auf Papier ab und thut die Probe nebst ng auf kleine Holzbretter, indem e schüttet, auf den Brettern aber

festdrückt. Das Pulver muss noch eckig sein, da es im fe riebenen Zustande meist schmutzig erscheint.

Vierzehnter Abschnitt.

Proben auf Chrom.

§. 111. Allgemeines.

Benutzung der Chromerze.

Für den Hüttenmann hat das Chrom, ausser in sehr u geordnetem Grade für den Eisenhüttenmann, zur Zeit kein näl Interesse. Die Darstellung des metallischen Chroms ist w Gegenstand der Hütten- noch Probierkunst.

Für die chemische Technik dagegen sind verschiedene Ch verbindungen von bedeutender Wichtigkeit geworden und halb das Chromeisenerz (Chromeisenstein, Chromo Eisenoxydul) [FeO, CrO, MgO] + (Cr^2O^3, Al^2O^3), aus welc in grossen Fabriken zur weiteren Darstellung der übrigen Chr präparate zunächst vorzugsweise das saure chromsa Kali gewonnen wird, vielfach Gegenstand des Bergbaues. Chromeisenstein ist gegenwärtig das einzige Mineral, welches Grossen zur Darstellung der Chrompräparate verwendet w Der Chromeisenstein von den verschiedenen Fundorten zeig reinen derben Stücken einen verschiedenen Chromgehalt; Gehalt an Chromoxyd geben die bekannt gewordenen Analy nach den verschiedenen Fundorten von 25—60 Procent an. neuerer Zeit ist ein Chromgehalt (von einer Spur bis zu 1 Procent) in mehreren gewöhnlichen Eisensteinen aufgefun worden (p. 257). Obgleich der grösste Theil des Chromerzes d vorkömmt, so ist es doch auch theilweise Gegenstand der b männischen Aufbereitungskunst, durch welche Serpentin abgeschieden wird. Dem Bergmanne muss also daran lieg ein Mittel zu haben, den Gehalt und danach den Werth sei Erze und Schlieche bestimmen zu können.

§. 112. Chromprobe.

Ermittelung des Chromoxydgehaltes im Chromeisenstein.

Die dokimastische Untersuchung ist auf die Menge des rze enthaltenen Chromoxydes gerichtet, da diese den Werth elben bestimmt. Eine Methode, den Chromoxydgehalt des omeisensteins auf trockenem Wege dokimastisch zu ermitteln, is jetzt nicht bekannt geworden; man muss eine Behandlung nassem Wege mit zu Hülfe nehmen.

100 Theile des zu untersuchenden Erzes, welches gemmt und wieder getrocknet oder doch zum feinsten Mehl racht sein muss, werden mit 90—100 Theilen eines Gemenges, hes aus 70 Theilen wasserfreier calcinierter Soda und gegen heilen Salpeter vorgerichtet ist, höchst genau zusammenben und bei Luftzutritt $^3/_4$—1 Stunde, am einfachsten auf m Röstscherben, in der stärksten Muffelhitze geglüht. Steht Muffelofen zu Gebote, so muss man aushülfsweise einen Tiegel- und dann einen bedeckten, geräumigen Tiegel anwenden. Röstscherben muss so geräumig sein, dass sich die Masse in etwas aufblähen kann, ohne dass man Verlust zu befürchten Am besten ist es freilich, zu diesem Glühen einen Platinl anzuwenden, doch genügt auch ein Thongefäss, wenn auf die später erörterte Controle verzichtet, welches bei riger Aufmerksamkeit ohne grossen Nachtheil geschehen n. Bei diesem Glühen wird das Chromoxyd zu Chromsäure diert. Chromoxyd verwandelt sich zwar schon allein bei handensein von fixem kohlensauren Alkali nach und nach in omsäure, aber durch einen Zusatz von Salpeter wird dieser cess beschleunigt. Man kann jedoch durch ein Schmelzen geschlämmten Erzes mit reinem Salpeter, selbst bei Anweng desselben im Überschusse, nicht erreichen, dass durch einmalige Arbeit sämmtliches Chromeisenerz zersetzt wird, bliebe doch eine mehrmalige Wiederholung derselben erlerlich und man würde noch durch das bei der Zersetzung r grossen Salpetermenge entstehende Spritzen leicht einen lust erleiden. Ausserdem würde sich dann das Chromerz ch sein specif. Gewicht leicht zu Boden senken, sobald der peter in Fluss gekommen ist, und so weniger schnell zerlegt

werden, als wenn die oben angegebene Beschickung gen
wird. Diese ist so gewählt, dass die Masse schwach zusa
backt und sich nach dem Glühen ohne Verlust aus dem
gefässe wieder abnehmen lässt. Statt des kohlensauren
Pottasche anzuwenden, ist nicht vorzuziehen, da Natron
flüssiger ist und bei dessen Anwendung also noch leich
Schmelzen und dadurch ein Anbacken der Masse an die
wände oder ein Niedersinken des Chromerzes in der ge
zenen Masse verhütet wird.

Die geglühte Masse wird vollständig aus dem Gefä
ein Filter gebracht und so lange mit heissem reinen
ausgewässert, bis dieses ungefärbt abläuft. Hierauf wird
trocknet und zur vollständigen Einäscherung des Filters g
Sie wird jetzt von neuem mit 50—60 Theilen des obig
menges von Soda und Salpeter genau zusammengerieb
nochmals ¾—1 Stunde lang scharf geglüht und hierauf
ausgelaugt. Das Chromeisenerz muss nun so oft von
beschickt, geglüht und ausgelaugt werden, bis nach einem
Glühen das Aussüsswasser gar nicht oder nur unbedeuten
gefärbt erscheint. Für jede neue Beschickung bricht ma
am Gewichte des zuzusetzenden Gemenges ab. Ein 3—4
Glühen &c. wird sich gewöhnlich als genügend erweisen

Hat man einen Platintiegel verwenden können, so la
das öftere Wiederholen der Operation etwas abkürzen
man hat eine Controle über die vollständige Zersetzung
kann dann eine etwas grössere Salpetermenge anwenden,
Anbacken der Masse an die Tiegelwände jetzt ohne Nachth
Nach einem 2maligen Glühen und Auslaugen wird da
noch feuchte Rückstand zunächst mit sehr verdünnter Sa
behandelt, um durch solche alles kieselsaure Alkali voll
wegzulösen. Hierauf digeriert man den Rückstand m
centrierter Salzsäure, welche das Chromeisenerz gar nic
nur so unvollkommen angreift, dass man dieses bei de
mastischen Untersuchung nicht zu berücksichti
es wird alles durch die vorgängige Behandlu
Eisenoxyd aufgelöst. Man darf deshalb nicht
Salzsäure anwenden, weil sich sonst das k

tzen und dadurch die Kieselerde unlöslich abgeschieden werden ürde. War nun das Erz vollständig durch das Glühen zersetzt, wird sich der gesammte Rückstand bis etwa auf einige ocken Kieselerde vollständig in der Salzsäure auflösen. Sollte ch noch unzersetztes Erz zeigen und ist dessen Menge nicht deutend, so kann man solches trocknen, glühen und wiegen. eses Gewicht sei a, so hat man die später sich ergebende romoxydmenge als Gehalt in 100 — a Theilen des Erzes zu rechnen.

Durch diese Behandlung mit Salzsäure kann man kein geues Resultat erwarten, wenn Thongefässe angewandt sind. t sich an deren Wände die Masse, wenn auch nur unbedeutnd angesetzt, so muss man solche mit einem Messer abschaben, obei denn Theile der Tiegelwände mitunter in das Probiergut langen. Sie sind auch für die Probe unschädlich, wenn man e Operation so oft wiederholt, bis, wie oben angegeben wurde, as neue Aussüsswasser eine vollständige Zersetzung des Erzes zeigt.

Die sämmtlichen, das Chrom als chromsaures alkalisches alz enthaltenden Lösungen und gelb gefärbten Aussüsswasser erden vorsichtig, damit durch die entweichende Kohlensäure ein mechanischer Verlust entsteht, mit Salzsäure gesättigt und ann sehr stark eingedampft oder am besten in einer Porzelnschale bis zur Trockne gebracht, sodann mit Salzsäure stark efeuchtet und wieder in wenigem reinen Wasser aufgelöst, wobei dann etwa ungelöste Kieselerde ausgeschieden wird und unelöst bleibt. Sie wird abfiltriert, ausgewässert, die Lösung mit twas Salzsäure angesäuert, dann zum Sieden erhitzt und so lange während dessen tropfenweise mit Alkohol versetzt, bis sie sich ollständig smaragdgrün gefärbt hat. Es wird dabei die durch alzsäure freigemachte Chromsäure durch den Wasserstoff und ohlenstoff des Alkohols ($C^4H^6O^2$) ihres Sauerstoffs zur Hälfte eraubt, so dass das dem Chromoxyd entsprechende Chlorid sich

Kohlensäure und der Geruch gibt die
$^1O^2$) und Essigsäure ($C^4H^3O^3$) zu er-
chweflige Säure wird die
uciert.

Sollte die gelbe Färbung nach einigem Digerieren noch nicht vollständig verschwunden sein, so muss man noch Alkohol und Salzsäure in kleinen Mengen zusetzen. Einen unnöthig grossen Zusatz, besonders von Salzsäure, muss man jedoch vermeiden. Ist vollständige Zersetzung der Chromsäure erreicht, so wird die Flüssigkeit mit Ätzammoniak versetzt, von dem man eine etwas überschüssige Menge zugibt und auf kurze Zeit zum Sieden gebracht. Durch das Ätzammoniak wird das Chromoxyd als Hydrat abgefällt; da aber Ätzammoniak im Überschusse eine sehr geringe Menge Chromoxyd auflöst, welche erst beim Kochen vollständig wieder abgefällt wird, so ist aus diesem Grunde das Aufkochen der Flüssigkeit, wenn es auf möglichste Genauigkeit ankömmt, nicht zu umgehen. Die Reduction der Chromsäure kann zwar ebenso gut durch Alkohol bei Zusatz von Schwefelsäure bewirkt werden, letztere ist aber der Salzsäure zu diesem Zwecke nicht vorzuziehen, weil sie schwieriger auszuwaschende Salze bildet, als die Chlorwasserstoffsäure.

Das abgefällte Chromoxydhydrat wird auf ein Filter gebracht und ganz vollständig mit kochendem reinen Wasser ausgelaugt, mit dem Filter getrocknet, welches man vorsichtig einäschert, dann geglüht und gewogen. Das Hydrat wird hierbei in dunkelgrünes reines Oxyd verwandelt und die Menge desselben bestimmt den Werth des Erzes.

Diese Methode kann ganz in der angegebenen Art von dem Hüttenmann benutzt werden, um den Chromoxydgehalt in einem gewöhnlichen Eisensteine, einer Frischschlacke &c. zu bestimmen. Soll ein Roheisen &c. auf diese Art auf einen Chromgehalt untersucht werden, so muss man solches vorher durch Salpetersäure vollständig oxydieren, mit einem etwa zugesetzten Überschusse derselben ohne Verlust in einer Porzellanschale zur Trockne bringen und das gewonnene trockene Oxyd dann der Probe unterwerfen.

Bei der Bereitung des chromsauren Kalis im Grossen wird der Fabrikant die angegebene Methode mit Vortheil benutzen können, um die Rückstände, welche ihm nach ein- oder mehrmaligem Glühen mit Alkali und Salpeter und nachfolgendem Auslaugen geblieben sind, auf den noch rückständigen Gehalt an

noxyd zu untersuchen und um dann, je nach der Menge
Rückhalts, die zu einem weiteren Glühen erforderliche
des zuzusetzenden Alkalis und Salpeters zu wählen. Auch
die Methode zur Untersuchung der käuflichen, mitunter
e Salze enthaltenden chromsauren Alkalien dienen,
nan nur aufzulösen und sofort mit Alkohol und Salzsäure
handeln braucht.

Zur Aufschliessung der Chromerze sind noch folgende
den empfohlen:

. Calvert [1]) glüht die feingepulverten Chromerze mit
Theilen Ätznatron und 1 Theil Natronsalpeter zwei Stunden
in einem Platintiegel.

2. Nach P. Hart [2]) trägt man in 8 Probiercentner Boraxglas,
einem Platintiegel geschmolzen worden, oder in das Vierfache
s schwefelsaures Kali 1 Probiercentner fein pulverisiertes
ein, rührt oft um und lässt den Platintiegel noch eine halbe
le in heller Rothgluth, setzt dann so lange trockenes kohlen-
s Natron hinzu, als noch Aufbrausen entsteht, und fügt
allmählig das Dreifache vom Gewichte des angewandten
von einem Gemische aus gleichen Theilen Salpeter und
hinzu, indem man fleissig mit einem Platindrahte umrührt.
einigen Minuten fortgesetzten Schmelzens ist das Chrom-
in Chromsäure verwandelt, worauf man das gebildete
nsaure Salz durch Kochen mit Wasser auszieht. Der in
er unlösliche Rückstand ist mit Salzsäure zu behandeln,
ich zu überzeugen, dass keine chromsaure Verbindung zu-
geblieben sei.

Erdm., Journ. f. prakt. Chem., LVII., 256.

Polyt. Centrbl. 1856, Nr. 11, pag. 701.

Fünfzehnter Abschnitt.

Prüfung des Braunsteins.

§. 113. Allgemeines.

Benutzung der Mangan-erze.

So wichtig dem Bergmanne diejenigen Manganerze sind, welche — bedingt durch ihre Fähigkeit, beim Glühen oder Behandeln mit Schwefelsäure Sauerstoff abgeben oder beim Erhitzen mit Salzsäure oder mit Kochsalz und Schwefelsäure Chlor entbinden zu können — einen Handelswerth haben, so ist doch für den Hüttenmann das Interesse für diese Erze ein untergeordnetes. Für ihn können, ausser für Schlackenbildung im Allgemeinen, nur bei den Eisenhüttenprocessen die Manganfossilien oder manganhaltige Körper überhaupt von besonderer Wichtigkeit werden.

Darstellung des metallischen Mangans ist weder Gegenstand der Probier- noch der Hüttenkunde.

Bergbau findet nur auf die verschiedenen Manganoxyde (Braunsteine) statt; indessen gibt das Zusammenbrechen der Mineralien eben nicht selten Veranlassung, dass bei einem andern Bergbaue andere Mangan enthaltende Fossilien mit gewonnen werden. Dieses verdient vom Hüttenmanne für Schlackenbildung &c. sehr beachtet zu werden, damit nicht etwa durch die mechanische Aufbereitung ihm Stoffe verloren gehen, welche er zur Erzeugung leichtflüssiger Schlacken vortheilhaft benutzen könnte. Eine allgemeine quantitative dokimastische Probe auf einen Mangangehalt in einem beliebigen Mineral- oder Hüttenproducte kennt man jedoch nicht.

Manganerze.

Die eigentlichen Mangan- oder Braunsteinerze, wohin zu rechnen sind:

1. Pyrolusit (Weichmanganerz, prismatisches Manganerz), $\ddot{M}n$, bis 18 Procent Sauerstoff abgebend;

2. Braunit (brachytypes Manganerz), $\ddot{M}n$, 10,0 Proc. Sauerstoff abgebend;

3. Manganit (Graubraunsteinerz, Glanzmanganerz), M̈n + Aq, Procent Sauerstoff abgebend;

4. Varvicit, M̈n + M̈n Ḣ, 13,8 Procent Sauerstoff abgebend;

5. Hausmannit (Schwarzmanganerz, pyramidales Manganerz), Ṁn + M̈n, 6,8 Procent Sauerstoff abgebend;

6. Psilomelan (Schwarzeisenstein, Hartmanganerz), M̈n mit Baryterde, Wasser und Kalkerde, werden, ausser in sehr geringer Menge zur Darstellung des Sauerstoffgases, sehr viel zur Darstellung des Chlors [1]) für Bleichereien, der chlorig- und chlorsauren Alkalien, des Chlorkalkes und zu einigen anderen Zwecken verbraucht.

Handelswerth eines Manganerzes.

Der Handelswerth eines Manganerzes richtet sich

1. nach der Menge ausserhalb des Manganoxyduls vorhandenen Sauerstoffs, welchen dasselbe beim Erhitzen mit Schwefelsäure entwickeln kann. Diese Sauerstoffmenge steht im directen Verhältnis zu der Chlormenge, welche das Erz beim Zusammentreffen mit geeigneten chlorhaltigen Substanzen (Kochsalz, Salzsäure) entbinden kann. Die in dieser Rücksicht vorzunehmende Untersuchung eines Manganerzes bezweckt meist die Bestimmung dieser Chlormenge, aus welcher sich nach stöchiometrischen Grundsätzen die Sauestoffmenge berechnen lässt. Zuweilen berechnet man auch das Erz auf seinen Gehalt an Mangansuperoxyd, den eigentlich wirksamen Bestandtheil:

$MnO^2 + 2\,ClH = MnCl + 2\,HO + Cl$ = 81,2 Procent Chlor = 18,3 Procent Sauerstoff.

---

[1]) Das von Ilfeld am Harz in den Handel gehende Braunsteinerz ist nicht reiner Graubraunstein, sondern mit andern Species gemengt (Varvicit), wodurch dessen Chlorentwickelungsfähigkeit in Bezug auf die besseren Sorten ein Beträchtliches höher wird. Fikentscher erhielt von den Braunsteinsorten von Ilmenau und dessen Umg[illegible]9 Chlorprocente (von ganz reinem Pyrolusit 79,[illegible] - melan von Schneeberg 60,2 Chlorp[illegible] Braunsteine zu Crettnich bei Saa[illegible] Sorten in Frankreich 46,84—76,[illegible] gen Sorten aus Piemont nur 27,89-

$MnO^2 + NaCl + 2\,(SO^3, HO) = MnO, SO^3 + NaO, SO$
$+ 2\,HO + Cl = 81{,}2$ Procent Chlor $= 18{,}3$ Procent Sauerstof

$MnO^2 + SO^3, HO = MnO, SO^3 + HO + O = 18{,}3$ Proce
Sauerstoff.

2. nach der Qualität und Quantität von Beimengunge
(kohlensaurem Kalk und Baryt, Eisenoxyd &c.), welche, ob
auf die Chlorentwickelung einzuwirken, einen Theil der ang
wandten Säure (Schwefelsäure oder Salzsäure) sättigen. E
Entwickelung derselben Chlormengen aus verschiedenen Brau
steinsorten können, je nach deren chemischer Constitution, ve
schiedene Mengen Säuren erforderlich werden. Während nac
obiger Formel 1 Atom MnO^2 nur 2 Atom ClH zur Erzeugung v
1 Atom Cl erfordert, so verlangt Mn^2O^3 unter gleichen Umständ
3 Atom ClH, denn $Mn^2O^3 + 3\,ClH = 2\,MnCl + 3\,HO + C$

Auch durch Säuren nicht zersetzbare Substanzen, wie Quar
Schwerspath &c. verringern den Preis des Braunsteins durch da
Gewicht und den Raum, den sie während des Transportes un
im Entwickelungsgefässe nutzlos einnehmen.

3. nach dem hygroskopischen Wassergehalte. Nac
Fresenius [1]) ist eine Temperatur von 120° C. zum Trocken
des Braunsteins passend, weil bei derselben alles hygroskopisch
Wasser, aber kein Hydratwasser weggeht. Für den Handel i
es nach demselben genügend, das Trocknen des sehr fein ge
pulverten Braunsteins etwa 6 Stunden lang in einer dünne
Schicht bei etwa 100° C. und dann eine geeignete Reduction vo
zunehmen, indem die bei letzterer Temperatur getrockneten Brau
steine nach vollständigem Trocknen bei 120° C. noch 0,3—0,5 Proce
Feuchtigkeit verlieren. Das Trocknen verrichtet Fresenius a
einer gusseisernen Scheibe von etwa 9″ Durchmesser und 1½
Dicke, welche durch Weingeist, Gas- oder Kohlenfeuer erhitzt wir

Zur Vermeidung von unnöthiger Mühe und Zeitverlust e
setzt Mohr [2]) sehr zweckmässig das stundenlange Erwärm
des Braunsteins in einer dünnen Schicht durch das schnell
wirkende Umrühren mit der Kugel des Thermometers in ein

[1]) Dingl, polyt. Journ. CXXXV., 277. — Polyt. Centrbl. 1855, p. 693, 7
[2]) Mohr's Titriermethode. 1855, p. 164.

ken metallenen Schale, welche mittelst einer kleinen Weingeistlampe erhitzt wird. Sobald das Thermometer 110° C. zeigt, wird die Lampe weggenommen und beständig umgerührt, wobei das Thermometer noch bis 120° C. steigt. Dann lässt man die Metallschale unter einer Glasglocke mit Chlorcalcium (Taf. III. Fig. 54) erkalten, ehe zum Auswägen in einem Schiffchen (Taf. I. Fig. 8) geschritten wird.

Erstes Kapitel.

Ermittelung der Sauerstoff- oder der Chlormenge, welche ein Manganerz resp. mit Schwefelsäure oder aus einer chlorhaltigen Substanz zu entwickeln vermag.

§. 114. Fikentscher's Methode [1]).

Verfahren.

Man wiegt 1 Probiercentner des getrockneten Erzes ab, welches zuvor sehr fein aufgerieben sein muss und bringt es in einen verschliessbaren Glaskolben, welcher 4 Unzen Wasser fassen kann. Dann werden etwa 4—6 Centner sehr dünne, schmale Kupferstreifen, welche zusammen etwa 12—20 Quadratzoll Oberfläche haben müssen, genau abgewogen, etwas zusammengerollt und nebst ausgekochtem Wasser zu dem Erze in den Glaskolben gebracht. Das Kupfer muss möglichst chemisch rein sein (siehe pag. 127); man rollt es zusammen, damit die Blechstreifen später im Glaskolben und in der Flüssigkeit, aus welcher sie auch nicht hervorragen dürfen, nicht dicht über einander liegen. Durch eine grosse Oberfläche des Kupfers wird der Versuch an Sicherheit und wird auch schn

---

[1]) Erdmann's und Marchand's Journal pag. 160 u. 173.

wird Erz und Kupferstreifen mit etwa 2—3 Loth chemisch
Salzsäure von 1,12 specif. Gewicht nach und nach überg
und in der Kälte damit fleissig umgeschüttelt. War das
pulver sehr zart gerieben, so pflegt der grösste Theil dess
nach kurzer Zeit (10—20 Minuten) aufgelöst und die Flüs
dunkelgrün geworden zu sein. Während dieser Auflösun
Zersetzung des Erzes darf man keinen Geruch von sich a
Flüssigkeit entwickelndem Chlorgase wahrnehmen; sollte, b
durch die leichte Zersetzbarkeit des Erzes, ein Chlorgeruc
stehen, so muss man die Salzsäure mit etwas (1—1½
reinem luftfreien und kalten Wasser verdünnen, um dadur
Einwirkung der Säure zu verlangsamen. Man muss f
umschütteln, damit sich von dem Erzpulver nichts auf die
fläche des Kupfers festlegt. Auch ist es im Sommer gut,
Kolben durch Eintauchen in kaltes Wasser abzukühlen.
möglichsten Abhaltung der Luft versieht man den Kolbe
einem Kork, in welchem sich eine enge Glasröhre befinde

Sobald alles oder der grösste Theil des Erzes aufgelö
wird die Flüssigkeit ins Kochen gebracht, wodurch sich
Farbe zunächst in Dunkelbraun verwandelt, aber durch anha
fortgesetztes Kochen nach 20—40 Minuten so weit entfärbt
gelb geworden) ist, dass länger fortgesetztes Kochen nichts
ändert. Sollte während des Kochens die Flüssigkeit zu
eindampfen, so kann man etwas sehr verdünnte, heisse Salz
nachgiessen. Die Arbeit wird durch einen grösseren Zusat
Säure beschleunigt, aber eine unnöthig starke Dampfentwick
dadurch hervorgebracht.

Als Kennzeichen für die Beendigung der Operation die
Farbe der Flüssigkeit; wird diese durch weiteres Kochen d
aus nicht mehr verändert, so kann man solche als bee
ansehen.

Die Flüssigkeit wird, nachdem sie bei Luftabschluss er
ist, von dem zurückgebliebenen Kupfer vorsichtig abgeg
sie kann wieder dazu dienen, reines Kupfer zu be
füllt den Kolben mehrmals mit ausgekochtem
an und spült dadurch vom Kupfer alles
sich etwa angesetzt hat, so

hst ab. Bei diesem Verdünnen und Abspülen muss sich
och im Kolben gebliebene Flüssigkeit ungefärbt zeigen.
t wird das Kupfer aus dem Kolben gebracht, aufgerollt und
st weicher Leinwand oder einer Haarbürste abgewaschen.
fast stets mit einem schwarzen oder braunen Anfluge über-
welcher sich auch oft durch obige Mittel kaum oder nicht
entfernen lässt. Es genügt jedoch, die Reinigung so weit
iben, als es diese Mittel gestatten. Das Kupfer wird dann
ocknet und möglichst schnell (in einem mässig warmen
ofen) bei 120—150 C. getrocknet und wieder gewogen.

us dem Gewichtsverluste, welchen das Kupfer während
peration erlitten hat, lässt sich die Chlormenge, welche
aunsteinerz zu entwickeln vermag, berechnen.

ie chemischen Vorgänge und Thatsachen bei dieser Probe Theorie dieses Verfahrens.
lgende:

ird reines Kupfer bei Ausschluss der Luft mit reiner Salz-
gekocht, so vermag diese nichts davon aufzulösen. Kömmt
isches Kupfer mit freiem Chlor in Berührung, so wird es
in gewöhnlicher Temperatur in Kupferchlorid verwandelt.
aufgelöstes Kupferchlorid mit metallischem Kupfer digeriert,
d letzteres so weit aufgelöst, bis sich das gesammte Chlorid
pferchlorür verwandelt hat. Kupferchlorid ist leicht im
r löslich, Kupferchlorür dagegen weit schwieriger, doch
zteres in freier Salzsäure leicht löslich und deshalb wird
ben angegebene überschüssige Menge Salzsäure zum Ver-
angewendet.

Vird ein höheres Oxyd des Mangans mit Salzsäure behan-
so bildet sich aus ihm Manganoxydul, welches mit einem
der Salzsäure zu salzsaurem Manganoxydul, Manganchlo-
usammentritt; ein anderer Theil der Salzsäure, welcher dem
en höheren Oxyden des Mangans frei werdenden Sauerstoffe
proportional ist, wird so zersetzt, dass der Wasserstoff
auerstoff zu Wasser zusammentritt und Chlor
s frei werdende Chlor verbindet sich so-
r und zwar ohne Verlust, wenn man
Kupfer eine genügend grosse Ober-

fläche besitzt und die Entstehung des Chlors nicht zu rasch v sich geht.

$$MnO^2 + 2\,ClH = MnCl + 2\,HO + Cl.$$

$$Cu + Cl = CuCl.$$

$$Cu\,Cl + Cu = Cu^2Cl.$$

Das Kochen der Probe wird vorgenommen, theils um Zersetzung der letzten Erztheilchen vollständig zu machen, sonders aber, um alles Kupferchlorid vollständig in Chlorür verwandeln. Das bei dem Processe in Auflösung gegang Kupfer ist daher als Chlorür zu berechnen und aus diesem Chlorgehalt zu finden.

Aus Obigem ergibt sich zugleich, dass die aus dem Bra stein frei gewordene Sauerstoffmenge sich zu dem gefunden Chlor, wie die chemische Äquivalentenzahl dieser beiden Kör verhält; d. h. $O : Cl = 8 : 35{,}5$.

Fände man z. B. bei einer Untersuchung, im Mittel zw oder mehrerer stimmender Proben, dass durch die Behandlu von 100 Theilen (1 Probiercentner) des Braunsteinerzes d Kupferverlust 135 Theile (Probierpfunde) betrage, so vermög diese 100 Theile Braunstein 75,5 Theile Chlor zu entwick Denn Kupferchlorür (Cu^2Cl) besteht in 100 Theilen aus 64,1 Kupfer und 35,87 Chlor oder 100 Kupfer nehmen darin 55,9 Chlor auf, es ist demnach

$$100 : 55{,}93 = 135 : 75{,}5.$$

Da nun aber auch

$$35{,}5 : 8 = 75{,}5 : x = 17{,}02,$$

so sind 17,02 Procent Sauerstoff von dem Braunsteinerze abg schieden.

Vorsichts-massregeln.

Als Bedingung zum Gelingen des Versuchs ist zu beach dass die Chlorwasserstoffsäure chemisch rein ist und eben auch das Kupfer. Säure und Kupfer müssen ausserdem Überschuss vorhanden sein; besonders ist aber dafür zu sorge dass während der ganzen Operation die atmosphärische L nicht einwirken und eine Oxydation, und dadurch Lösung Kupfers möglich machen kann. Deshalb muss namentlich a fangs eine etwa nöthige Verdünnung mit Wasser geschehe welches lange genug gekocht hat, um von aller Luft befreit

n; auch darf das Kupfer nicht aus der Flüssigkeit hervor-
gen. Die Zersetzung muss anfänglich langsam vor sich gehen,
dass auch keine Spur Chlor als Gas entweicht; deshalb das
hlhalten der Probe bis zur vollendeten Zersetzung des Erzes.
die Auflösung von Kupferchlorür farblos ist, so zeigt das
scheinen einer beinahe farblosen Flüssigkeit die Beendigung
r Operation ziemlich sicher an. Eine schwache, etwa
eibende röthliche oder gelbliche Färbung rührt nicht von
pferchlorid her. Der bei sorgsamer Reinigung des Kupfers
im Abwaschen etwa noch haftende geringe schwärzliche Anflug
nn (p. 273), als zu unbedeutend, bei der Gewichtsbestimmung
rnachlässigt werden; dagegen darf das Kupfer weder feucht
gen bleiben und langsam trocken werden, noch darf es bei
öheter Temperatur getrocknet werden, weil es sich durch
des oxydiert und dann die Gewichtsbestimmung falsch wird.
Der schwärzliche Überzug wird später mit Sand abge-
euert, und können dann die Kupferstreifen zu neuen Proben
utzt werden. Man darf die Abnutzung derselben jedoch
t so weit treiben, dass sie zerfressen, löcherig und am Rande
ben werden, weil dieses das Abwaschen und die Gewichts-
timmung erschwert.

Da Eisenoxyd, wenn es mit Salzsäure und metallischem
pfer digeriert wird, sich in salzsaures Eisenoxydul, Eisenchlorür,
wandelt, indem sich Kupfer auflöst und eine dem Eisenoxyde
sprechende Menge Kupferchlorür bildet, genau dem Vorgange
den höheren Oxyden des Mangans analog (vergl. Proben auf
en pag. 269), so muss, wenn das Erz in erheblicher Menge
enoxyd enthält, noch ein zweiter Versuch angestellt werden.
s Erz wird mit Salzsäure ohne Kupferstreifen aufgekocht,
lange, bis sich kein Chlor mehr entwickelt, und jetzt erst
pfer zugebracht; man kocht nun fort, bis sich die Flüssigkeit
ht weiter entfärbt. Der Kupferverlust wird bestimmt, von dem
dem ersten Versuche erhaltenen Kupferverluste abgezogen
d nun erst die Berec

ese Methode em leichte Ausführbarkeit
ie Erlangung tate bei einiger
rksamkeit. tunden Zeit, das

Schütteln ist lästig und der Punkt der vollendeten Reac
weilen nicht sicher an der Farbe zu erkennen.

§. 115. Fresenius-Willsche Methode

Theorie. Diese gründet sich auf die von Berthier angegebe
sache, dass, wenn Braunstein mit Schwefelsäure und kle
Salzen zusammengebracht wird, die freigemachte Kleesä
Kosten des aus dem Braunstein durch die Schwefelsäur
triebenen Sauerstoffs sich in Kohlensäure verwandelt.
Menge der aus dem eintretenden Gewichtsverlust zu erm
Kohlensäure lässt sich alsdann der nutzbar zu machend
stoff- und Chlorgehalt berechnen, indem 2 Atom Koh
(44) 1 Atom Sauerstoff (8) oder 1 Atom Chlor (35
sprechen.

$$MnO^2 + SO^3, HO + C^2O^3 = MnO, SO^3 + HO +$$

Verfahren. Ein Probiercentner oder weniger sehr fein geriebene
stein wird mit dem $2^1/_2$fachen geriebenen neutralen kl
Natron mit Wasser in den Kolben a gethan (Taf. IV.
und dann weiter verfahren, wie bei der Pottasch
(pag. 95) beschrieben ist.

Mohr's Modification. F. Mohr [2]) hat das Fresenius-Willsche Verfah
einfacht. Derselbe bedient sich eines Apparates von d
der Fig. 100, Taf. IV., nur ohne die Röhre b. Das Ro
anstatt mit Chlorcalcium mit Bimmsteinstückchen gefüllt,
concentrierter Schwefelsäure getränkt werden. Die l
endigt mit einem kleinen Stückchen einer vulkanisierte
schukröhre, welche mit einem Holzpflöckchen geschlosse
In die Flasche a thut man 1 Probiercentner (oder weni
trockneten Braunstein nebst 30—40 Cubiccentim. Was
giesst durch c 4—5 Cubiccentim. concentrierte Schwefel
die Flasche, welche aus etwa vorhandenen kohlensaure
die Kohlensäure austreibt. Darin liegt ein Vorzug

[1]) Fresenius und Will, neues Verfahren zur Prüfung d
asche &c. Heidelberg 1843. — Dingl., polyt. Journ. XCII.

[2]) Mohr, Lehrb. d. chem. analyt. Titriermethode 1855, p 167.

esenius-Willschen Methode, wobei man von diesen Erden r keine Notiz nimmt. Nachdem durch die geöffnete Röhre d wa vorhandene Kohlensäure weggesogen worden, verschliesst an dieselbe wieder mit dem Holzpflöckchen, bringt den Apparat auf die Waage, stellt daneben ein kleines Gefäss, welches —1½ Centner Kleesäure enthält, und tariert die Wage. nn nimmt man den mit Talg oder Wachs getränkten Kork m Glase, schüttet die Kleesäure schnell hinein, verschliesst ieder und bringt das Glas nebst dem leeren Gefässe auf die aage zurück.

Nachdem die eingetretene lebhafte Gasentwickelung fast aufhört hat und wenn noch unzersetzter Braunstein am Boden abgenommen wird, so erwärmt man das Glas mit einer kleinen Spirituslampe so lange, als noch Gasentwickelung stattfindet; nn saugt man durch d die Kohlensäure aus, lässt den Apparat kalten und bestimmt den Gewichtsverlust. 44 Kohlensäure sprechen 8 Sauerstoff oder 35,5 Chlor.

Es ist dies nach Mohr die sicherste und leichteste Methode r Gewichtsanalyse des Braunsteins und geht schneller als das kentschersche Verfahren. Der Apparat ist leichter, als der esenius-Willsche, die mit Schwefelsäure befeuchteten unsteinstücke halten die Wasserdämpfe vollständiger zurück, Chlorcalcium. Saugt man die Kohlensäure nicht ganz weg, erhält man ½—¾ Procent zu wenig. So scharfe Resultate, die Massanalyse, geben die Gewichtsmethoden indessen ht, da der Braunstein ein pulverförmiger Körper ist, der sich nur schwierig und nur bei längerer Erwärmung aufschliessen st, in Folge dessen der Apparat leicht Veränderungen im Gehte erleidet. Die äusserlich grossen Glasflaschen lassen gen ihrer hygroscopischen Eigenschaft keine richtige Wäag zu.

§. 116. Graham's Verfahren [1]).

Dasselbe beruht darauf, dass die Menge des Chlors, welche beim Behandeln des Braunsteins mit Salzsäure entwickelt, Theorie.

---

[1]) aham-Otto's ausführliches Lehrbuch der Chemie 1853, Bd. II., 2, p. 692.

aus der Menge des Eisenvitriols berechnet werden kann, welch durch dasselbe höher oxydiert wird. 44 Theile (1 Äquivalen reines Mangansuperoxyd können 35,5 Theile (1 Äq.) Chlor er wickeln und diese sind im Stande (durch Wasserzerlegung), 2 Theile (2 Äq.) krystallisierten Eisenvitriol in schwefelsaures Eis oxyd umzuwandeln. $2\,FeO + Cl + HO = Fe^2O^3 + ClH$.

Es liefern also 100 Theile Superoxyd so viel Chlor, als höheren Oxydierung von 633 Theilen Eisenvitriol erforderlich

Verfahren. Hierauf gestützt, wird die Prüfung auf folgende Weise a geführt. 100 Theile (1 Probiercentner) des fein gepulver Braunsteins und 633 Theile oder eine andere nicht weniger tragende Menge Eisenvitriol werden abgewogen. Man gibt Braunstein in eine Digierflasche und übergiesst ihn darin etwa 2—3 Loth (8—12 Probiercentner) starker Salzsäure 1 Loth Wasser. Nun setzt man sogleich von dem abgewogen Eisenvitriol anfangs in grösseren, dann in kleineren Antheil so lange hinzu, bis eine mittelst eines Glasstabes herausgenom mene Probe der Flüssigkeit, welche man zuletzt etwas erwärm in einem Tropfen einer Auflösung von rothem Blutlaugensa die man auf einen Porzellanteller gesprengt hat, eben anfäng einen blauen Niederschlag zu erzeugen und die Flüssigkeit nic mehr nach Chlor riecht, als Beweis, dass ein wenig Eisenvitr überschüssig in derselben vorhanden ist. Durch Wägen de noch rückständigen Eisenvitriols wird die verbrauchte Quanti ermittelt; es mögen v Theile sein. Bestände der untersuch Braunstein aus reinem Superoxyde, Mn, so würden 100 The desselben mit Salzsäure ($\frac{633 \,.\, 35{\cdot}5}{278} =$) 82 Theile Chlor entwickel können und demnach obige 633 Theile Eisenvitriol zu der Pro verbraucht sein. Besteht er nicht aus reinem Superoxyde, wird er eine verhältnissmässig geringere Menge nutzbaren Sau stoff und demnach Chlor entwickeln, also beim Versuche au nur eine verhältnismässig geringere Menge Eisenvitriol verbrau sein. Zur Ermittelung der Chlorprocente, welch erz zu entwickeln vermag, hat man demnach

$$633 : 82 = v : x.$$

Man habe z. B. beim Versuche 596 T

aucht, so würde der fragliche Braunstein nach 633 : 82 = 596 : x
= 77,2 Chlorprocente liefern können.

Der zu diesem Zwecke benutzte Eisenvitriol muss rein sein.
an bereitet ihn am besten, indem man rostfreie eiserne
gel in verdünnter Schwefelsäure, zuletzt unter Erwärmen
flöst, die noch etwas warme Lösung abfiltriert und dieselbe,
wie sie abläuft, mit Weingeist so lange versetzt, als noch ein
ederschlag dadurch entsteht. Dieser Niederschlag ist der Ei-
nvitriol; man sammelt ihn auf einem Filter, süsst ihn mit
eingeist sorgfältig aus und breitet ihn dann zum Abtrocknen
n der Luft auf Fliesspapier aus. Wenn derselbe nicht mehr nach
eingeist riecht, bringt man ihn in gut zu verschliessende Ge-
sse. Er muss ein trockenes krystallinisches Pulver von bläulich
eisser Farbe darstellen und hält sich, wenn er diese Be-
haffenheit zeigt, nicht allein in verschlossenen Gefässen, son-
rn auch der Luft ausgesetzt, wenn diese nicht zu feucht ist,
verändert. Man kann auch gut krystallisierten oxydfreien und
sserdem reinen Eisenvitriol nehmen, ihn zu Pulver zerreiben,
ses Pulver entweder zwischen Tuchlappen oder zwischen Fliess-
pier kräftig pressen und dann in gut zu verschliessende Ge-
se bringen.

Das rothe Blutlaugensalz muss frei von dem gelben Blutlau-
salze sein.

Graham bemerkt noch, dass, wenn der Braunstein sehr fein
verisiert angewandt wird, die Auflösung und Desoxydation
ch den Eisenvitriol schon in der Kälte schnell erfolgt; die
bern Antheile verschwinden beim Erwärmen leicht. So lange
Flüssigkeit von dem Braunsteinpulver noch sehr schwarz er-
eint, braucht man mit dem Zugeben des Eisenvitriols nicht
gstlich zu sein, erst wenn die Flüssigkeit anfängt heller zu
rden, setzt man vorsichtiger von diesem hinzu.

Diese Methode von Graham leidet an dem Fehler, dass man
weder Gefahr läuft, durch zu starken Zusatz von Eisenvitriol
nöthige Me setzen oder dass Chlor,
Einwirkun der Flüssigkeit ent-
wenn n isenvitriol nachgibt.
ähr le von Fikent-

scher nicht, sobald man für genügende Abkühlung und Ob
fläche des Kupfers sorgt; aber bei ihr ist der schwärzli
Überzug des Kupfers ein wenigstens unangenehmer, w
nicht störender Übelstand.

Levol's Modification.

Levol hat bei seiner Braunsteinprobe [1]) die Fehlerqu
der Methode von Graham zu vermeiden gesucht. Seine Probe
steht darin, dass der Braunstein zunächst mit Salzsäure und e
bestimmten überschüssigen Menge Eisenchlorür behandelt w
wodurch sich je nach der Güte des Braunsteins mehr
weniger Eisenchlorid bildet. Sodann setzt man eine Auflös
von chlorsaurem Kali hinzu, deren Gehalt man kennt. So
freies Chlor anfängt sich zu entwickeln, ist alles überschüs
Eisenchlorür in Chlorid verwandelt. Die verbrauchte M
chlorsaures Kali wird bestimmt und nun hat man die Data
Berechnung.

Das Beginnen der Chlorentwickelung muss jedoch als
ziemlich unsicheres Kennzeichen angesehen werden, so
diese Methode nicht vorzüglicher, als die von Otto ist.

Letztere gibt bei gehöriger Aufmerksamkeit gut brauchb
Resultate und bleibt richtig, wenn auch Eisenoxyd im Br
steinerze enthalten ist.

§. 117. Hempel's Titriermethode [2]).

Theorie.

Dieselbe beruht, wie die Fresenius-Willsche Meth
auf der Zersetzung des Braunsteins durch überschüssige K
säure und Bestimmung des nicht zersetzten Theiles Kleesä
durch Chamäleonlösung (pag. 276), welche erstere von letzte
unter Verlust der rothen Farbe in Kohlensäure umgewan
wird. Die titrierte Kleesäurelösung enthält 63 Gramm krys
sierte Kleesäure im Liter und die Chamäleonlösung ist so titr
worden, dass 1 Cubiccentim. 0,1846 Cubiccentim. Normalk
säure entsprechen. 100 Cubiccentim. verbrauchte Normalk
säurelösung mit 6,3 Gramm Kleesäure zeigen 4,357 Gra

[1]) Dingl. polyt. Journ., LXXXV, p. 299 aus Journ. de Pharm. (März 18
[2]) Liebig's Jahresber. 1853, p. 627. — Mohr, Titriermethode 18
p. 170.

O^2 mit 18,3 Procent Sauerstoffgehalt an. Man muss demnach dem Braunstein 4,357 Gramm abwägen, wenn die verbrauch- Cubiccentim. Normalkleesäure direct die Procente MnO^2 an- n sollen. Gewöhnlich nimmt man nur die Hälfte davon verdoppelt demnächst die verbrauchten Cubiccentim. Klee- e, um die Procente zu erhalten. 2,178 Gramm fein gepulverter Verfahren. kener Braunstein werden mit etwa 30 Cubiccentim. Normalklee- e in eine Kochflasche gethan, 4—5 Cubiccentim. concentrierte wefelsäure zugefügt, die Flasche lose bedeckt und nachdem Gasentwickelung nachgelassen, erhitzt, bis aller Braunstein etzt ist. Nöthigenfalls setzt man noch 5—10 Cubiccentim. malkleesäure und etwas Schwefelsäure zu. Nachdem der Braun- n vollständig aufgeschlossen, verdünnt man die erforderlichen- (bei einem Gehalt an sich schwer absetzendem Eisenocher) ierte Lösung au 300 Cubiccentim, nimmt dann 100 Cubiccentim. einer Pipette (pag. 86) heraus, verdünnt sie in einer äumigen Flasche mit der Hälfte Wasser und etwas Salz- oder wefelsäure und fügt aus einer Bürette Chamäleonlösung g. 240), bis zum Wiedereintritt der röthlichen Farbe, zu. Die rdünnung und Ansäuerung muss in solchem Grade geschehen n, dass das alkalische Chamäleon ohne Trübung die Flüssig- it beim ersten Eintropfen rein rosenroth färbt. Es wird mit n Zugiessen der Chamäleonlösung aufgehört, wenn die röth- e Färbung etwa eine halbe Minute lang stehen bleibt.

Man multipliciert die verbrauchten Cubiccentim. Chamäleon 3, reduciert dieselben auf Normalkleesäure, zieht diese von angewandten ganzen Menge ab und multipliciert den Rest 2, so erfährt man den Gehalt des Braunsteins an Superoxyd Procenten.

Die Massanalyse gibt nach Mohr genauere Resultate, als die wichtsanalyse, weil sie von dem Einflusse eines Verlustes an sser oder zu heissem Auswägen ganz unabhängig ist. In ge dessen kann zum Aufschliessen des Braunsteins eine höhere mperatur angewandt werden. Sie gibt gegen die Fresenius- ll'sche Methode Differenzen von 1—1½ Procent negativer und sitiver Natur. Die Kleesäure hat vor andern Reductionsmitteln,

wie Eisenchlorür, Zinnchlorür &c. den Vorzug, dass sie vom Sauerstoff der Luft nicht oxydiert, also bei fortgesetztem Erwärmen und Stehen an der Luft das Resultut nicht verändert wird. Auch lässt sich bei dem gasförmigen Zersetzungsprodukt die Vollendung der Aufschliessung leicht erkennen, wenn sich nämlich Gasblasen nicht mehr zeigen.

Aus diesem Grunde stehen dem Hempelschen Verfahren die Methoden von Margueritte, Pelouze, Schwarz [1], Streng [2], Levol [3], Schabus [4], Müller [5] u. A. nach, indem sich Letztere des Eisen- oder Zinnchlorürs bedienen. Bunsen's [6] Methode mit Jodkaliumlösung, sowie die Methoden von Mohr [7], Gay-Lussac [8] und Penot [9] mit arseniger Säure haben keinen Vorzug vor der Methode mit Kleesäure. Sie lassen sich indes nach Mohr [10] bei Anwendung von Eisenvitriol, Eisenchlorür oder schwefelsaurem Eisenoxydul-Ammoniak gleich genaue Resultate erzielen, wenn man die Oxydation durch Zuleiten von Kohlensäure verhütet. — Ettling [11] misst das entwickelte Chlorgas.

---

[1]) Schwarz' Massanalysen, 2. Aufl., p. 53.

[2]) Pogg. Ann. XCII., p. 71.

[3]) Dingl. LXXXV., p. 299.

[4]) Berg- und hüttenmännische Zeitung 1852, p. 769.

[5]) Polyt. Centrbl. 1852, p. 312.

[6]) Ann. d. Chem. u. Pharm. LXXXVI., p. 265; LXXXVII., p. 257.

[7]) Mohr, c. l., p. 183.

[8]) Ann. d. Chem. u. Pharm. XVIII., p. 18.

[9]) Ibid. XCIII, p. 65.

[10]) Mohr, c. l., p. 177.

[11]) Berg- und hüttenmännische Zeitung 1842, p. 854.

Zweites Kapitel.

Ermittelung des zur Zerlegung eines Manganerzes erforderlichen Säurequantums.

§. 118. Säurebestimmungsmethoden.

Allgemeines.

Der Handelswerth einer Braunsteinsorte hängt nicht lediglich n dem zu entwickelnden Sauerstoffüberschusse und danach r zu erzeugenden Chlormenge ab, sondern ausser Reinheit (also ch mehr oder weniger Frachtkosten &c.) und Art der me-anischen Beschaffenheit (ob grobes Stufferz oder Schliech &c.) mmen noch solche Beimengungen des Erzes in Betracht, welche i der Benutzung desselben zur Chlorentwickelung einen Theil lzsäure sättigen, welcher dann kein Chlor liefert. Diese Bei-engungen sind vorzugsweise kohlensaure Kalkerde (auch kohlen-ure Baryterde) und Eisenoxyd.

Kohlensaure Salze.

Die Menge der kohlensauren Salze lässt sich durch nen besonderen Versuch ermitteln, indem man das Erz mit sigsäure oder verdünnter Salpetersäure behandelt, welche nur ese Salze weglösen, den Rückstand auf ein getrocknetes und wogenes Filter bringt, aussüsst, trocknet und wiegt. Der Ge-ichtsverlust gibt die Menge der kohlensauren Salze an. War eses kohlensaure Kalkerde, so werden 632,46 Theile derselben 15,13 trockene Chlorwasserstoffsäure oder 1296 Theile einer ure von 1,17 specif. Gewicht sättigen und ohne Wirkung für lorentwickelung verbrauchen.

Eisenoxyd.

Die Menge des vorhandenen Eisenoxydes muss nach r Methode von Fikentscher durch einen besonderen Gegen-such in Berechnung gezogen werden, wie pag. 477 angegeben rde. Es seien durch das Eisenoxyd v Theile Kupfer in Lö-g gegangen, so enthält das Erz von ersterem $\frac{v \cdot 40}{31,7}$ Theile g. 269). 1956 Theile Eisenoxyd verlangen zu ihrer Sätti-g (3 · 445,15 =) 1365 Theile trockener Salzsäure, oder 8 Theile einer Säure von 1,17 specif. Gewicht.

Je mehr kohlensaure Salze und Eisenoxyd bei gleicher Chlor-

entwickelungsfähigkeit ein Braunsteinerz enthält, um so ge
ist demnach sein Handelswerth.

Ermittelung der erforderlichen Säuremenge.

Das zur Zerlegung eines Manganerzes verbrauchte
quantum wird dadurch ermittelt, dass man das Erz durc
überschüssige Menge Säure von bestimmtem specif. Gewi
einem mit Gasableitungsrohr versehenen Kolben zerleg
dabei die gasförmigen Producte zur Absorption des salz
Gases in Wasser leitet. Das saure Wasser wird zum Rüc
hinzugefügt, mittelst eines gewogenen Stückes reinen Marm
Säure gesättigt, der ungelöste Marmor abgewaschen, getr
gewogen und aus dem Gewichtsverlust die Menge der
schüssig zugesetzten Säure und daraus die der verbrauchten
berechnet. 100 Marmor sättigen 70,5 trockene Salzsäure
205 Salzsäure von 1,17 specif. Gewicht.

Sechszehnter Abschnitt.

Proben auf Arsen.

§. 119. Allgemeines.

Erze.

Alle Minerlien oder Gemenge von Mineralien, welc
sich einer Sublimation unterworfen, metallisches Arsen od
Schwefelarsen, oder welche beim Rösten arsenige Sä
grösserer Menge entwickeln, können Erze für die Arsen
sein. Diejenigen Mineralien jedoch, welche neben Arse
Antimon in grösserer Menge enthalten, sind hiervon
schlossen, ebenso auch die arsenig- und arsensauren Salz
neralien, welche in diese Klassen gehören, werden aus ve
denen Gründen nicht von den Arsenhütten benutzt; auch w
sehr reiche Silbererze, um nicht Silberverluste zu erleide
sie auch in grösserer Menge arsenikalische Producte gev
lassen sollten, nicht zu einer vorgängigen Benutzung auf die
verwendet, wohl aber Erze von mittlerem und geringem Sil
halte. Demnach können die Erze für die Gewinnung arsenikal

cte geeignet angesehen werden, welche folgende Mineralien
ten:
ediegen Arsen (Scherbenkobalt), zuweilen mehr oder
er Eisen, Kobalt, Nickel, Antimon und Silber enthaltend;
nkies (harter Giftkies), $FeS^2 + FeAs$ mit 46,0 As und
19,6 S; Arsenikalkies (weicher Giftkies), Fe^4As^3 mit
As; Speisskobalt (Co, Ni, Fe) As; Glanzkobalt,
+ CoAs; Kupfernickel, Ni^2As; Nickel- und Ko-
Arsenkies (Co, Ni, Fe) S^2 + (Co, Ni, Fe) As; Weiss-
lkies, NiAs; Tennantit $(Cu^2S, FeS)^4, AsS^3$; Realgar,
mit 70 As und Rauschgelb, AsS^3 mit 60,9 As;

Da Schwefelkies, FeS^2 mit bis 51 S, bei der Destillation
efel abgibt, so kann er für die Darstellung der Arsen-
uride ebenfalls als nutzbares Erz angesehen werden.

Die Production des Arsens und der arsenikalischen Hütten- **Producte der Arsenhütten.**
icte geschieht theils als Nebengewinnung in hüttenmänni-
Anlagen, welche das Arsen aus ihren Erzen und Producten
ntfernen haben, z. B. bei der Gewinnung der Kobaltpräpa-
und des metallischen Nickels, ferner bei der Zugutemachung
ikalischer Zinnerze und nicht sehr reicher Silbererze; grössten-
aber in besonderen Arsenhütten, welche Arsenkiese, Arsen-
und weit seltener die natürlichen Arsensulphuride, so wie
die von den Anlagen ersterer Art mitunter gelieferte un-
arsenige Säure (graues Giftmehl, grauen Arsen), ausserdem
ter Schwefelkies oder auch Schwefel als Rohmaterialien
enden.

Die Arsenhütten liefern als für den allgemeinen Handel
hbare Producte:
. Metallisches Arsen (Fliegenstein).
. Arsenige Säure (weisses Arsen, Arsenglas).
. Diverse Arsensulphuride (farbige Arsengläser).

Zu untersuchen, wie viel sich aus einem gegebenen Erze **Zweck der dokimastischen Proben.**
Zwischenproducte von den obigen Producten hüttenmännisch
nnen lasse, ist Gegenstand der dokimastischen Probe. Die
suchung der Erze, wie aller Hüttenproducte, auf ihren
ichen Gehalt an Arsen gehört ganz in das Gebiet der nas-

Probe auf nassem Wege.

lytischen Chemie. In sehr vielen Körpern, namentlich H
producten, kann man jedoch das Arsen nicht nur qual
sondern auch annähernd dokimastisch quantitativ auf fol
Art bestimmen; doch ist dann erforderlich, dass die zu
suchende Substanz ausser Arsen (und Antimon) keinen K
enthält, welcher höher oxydiert eine Säure bildet, welc
Silberoxyd ein im Wasser unlösliches Salz gibt. Die zu
suchende Substanz wird als feinstes Pulver mit mehreren
Volumen Salpeter, der chemisch rein und namentlich fr
jeder Chlorverbindung sein muss, genau zusammengerieb
damit in einem Thontiegel, der nur etwa bis zur Hälfte
füllt sein darf, bei langsam steigender Hitze $^1/_2$ Stund
stark roth geglüht. Die Masse wird aus dem Tiegel a
und mit heissem destillierten Wasser vollständig ausgelaugt, w
das gebildete arsensaure Kali nebst überschüssigem Ka
nimmt. Diese Flüssigkeit wird mit sehr verdünnter rein
petersäure neutralisiert und sehr schwach angesäuert.
hierbei ein (erdiger oder Antimon enthaltender) Nieder
entstehen, so wird dieser abfiltriert und die klare Lösung m
petersaurer Silberlösung versetzt, bis durch diese kein Nieder
mehr entsteht. War Arsen in der Substanz, demnach
saures Kali in der Lösung enthalten, so entsteht ein rothb
Niederschlag von halbbasischem arsensauren Silberoxyde (
+ $As O_5$), welcher vollständig ausgesüsst und getrock
100 Theilen 16,2 Theile Arsen enthält. Entsteht durch
salpetersaure Silberoxyd gar kein oder ein weisser N
schlag, so war kein Arsen vorhanden. Erfolgte jedoch
gelb gefärbter Niederschlag, so kann dieser aus arsenigs
Silberoxyde bestehen. Er muss vor dem Löthrohre weite
handelt werden und wenn sich hier ein Arsengehalt
so war das in dem Probiergute enthaltene Arsen nur u
ständig gesäuert und die Probe muss dann mit einer
Menge des Probierguts sorgsamer und mit grösserem Sal
zusatze wiederholt werden, um alles Arsen vollständig in A
säure umzuändern. Sehr genaue Resultate kann diese Me
nicht gewähren, doch ist sie weit einfacher, als ein analyt
Verfahren.

120. Dokimastische Probe auf die technisch darstellbare Arsenmenge.

Allgemeines.

Der Absatz und deshalb die Darstellung des metallischen Arsens ensteins) auf den Hütten ist gewöhnlich nicht beträchtlich. Es meist Arseneisen oder arsenige Säure hierzu endet, doch würde gediegenes Arsen noch zweck- iger hierzu benutzt werden. Sind Schwefelverbindungen in llicher Menge vorhanden, so zeigen sich diese deutlich durch Resultat der Probe und kann in diesem Falle der unter- e Körper nicht zur Darstellung des reinen Arsens verwendet len, wenigstens nicht ohne ihm bei der Sublimation etwas sche oder gebrannten Kalk zur Bindung des Schwefels zu- zen. Die nöthige Menge dieses Zusatzes lässt sich leicht h einige Proben dadurch ermitteln, dass man mit ihm steigt, ich das durch die Sublimation gewonnene Arsen dem An- ne nach frei von Schwefelarsen zeigt.

Verfahren.

Die Probe selbst wird auf die Art ausgeführt, dass man rze, welche gediegen Arsen oder Arseneisen ent- n, ziemlich fein zerkleint in eine thönerne Retorte oder ein es an dem einen Ende geschlossenes Rohr füllt. Man nimmt bis zu 25 Loth Civilgewicht und mehr zu einer Probe. lt das Probiergut arsenige Säure, so ist ein Zusatz 16—20 Procent fein gepulverter, trockener Holzkohle zur ction derselben erforderlich, auch wird dann die Probe dem Einfüllen noch mit einer Lage Kohlenklein bedeckt. arsenige Säure auf Arsengehalt zu untersuchen, kann füg- unterbleiben, da man weiss, dass diese in 100 Theilen Arsen enthält; doch steht diese Menge technisch nie ganz gewinnen. Gewöhnlich wird aber eine unreine arsenige e, das graue Giftmehl (arsenige Säure, gemengt mit n, auch wohl etwas Schwefel, dann mit Flugstaub von den n, Kohle, Russ &c.) angewendet, dessen Gehalt keinesweges tant ist. In den nicht zu engen Hals der Retorte oder des s wird ein zusammengerolltes dünnes Eisenblech gelegt und nn eine gut schliessende Vorlage angepasst, in deren Lutum eine kleine Öffnung lassen muss, wenn Kohle mit zugesetzt

war. Als Vorlage kann eine grosse Kupfertute d
deren Öffnung man etwas erweitert hat. Retorte oder
wird in einen passenden Ofen zur Sublimation des Arsens
gelegt, dass der Hals durch die Luft gut abgekühlt werden
Es ist räthlich, den Theil des Rohrs zuerst zu erhitzen, w
die Lage Kohlenklein enthält, um die Sublimation unzer
arseniger Säure zu vermeiden; sodann wird das ganze
oder die Retorte allmählig bis zum Rothglühen erhitz
1—1½ Stunden in dieser Temperatur erhalten. Um ei
stopfen des Halses, welcher das Blech enthält, durch an
Stelle sich anlegendes Arsen zu verhüten, kann man
diesen Theil des Halses durch einige aufgelegte Kohlen
erwärmen, bevor die Sublimation beginnt; ist die Operat
Gange, so nimmt man die Kohlen wieder fort. Nach de
kalten wird die Vorlage untersucht, das Eisenblech beh
aus dem vordern Halse gezogen und aufgebogen, wobei si
anhaftende Arsen ablöst. Alles sublimierte Arsen wird sor
gesammelt und gewogen; bei gerathener Probe zeigt e
metallisch und dem grössten Theile nach krystallinisch und
und Gegenprobe stimmen; war die Reduction unvollst
konnte Luft in den Retortenhals zutreten oder war mit z
ringen Mengen gearbeitet, so hat sich mehr oder weniger A
suboxyd oder arsenige Säure gebildet, welches das Arse
schwarzes Pulver oder als weisse Kruste verunreinigt.

Man kennt das Arsen in zwei allotropischen Zuständen
eine As_α entsteht, wenn Arsen in Gasform mit einem ande
hitzten Gase (welches bei der Reduction der arsenigen
mittelst Kohlenpulvers Kohlensäure und Kohlenoxydgas ist)
auf die Theile des Sublimationsapparats absetzt, welche
so stark erhitzt wurden. Es ist dunkelgrau, krystallisier
oxydiert sich an der Luft besonders bei etwa + 40° C.,
es zu einem schwarzen Suboxyd zerfällt. Das andere As
steht, wenn man Arsen stark erhitzt oder in einem Ge
sublimiert, wo der zur Ablagerung des Sublimats bestimmte
dem Puncte nahe gehalten wird, bei welchem das Arsen
form annimmt. Es setzt sich dann aus einer Atmosphäre
nur Arsengas ab. Es ist fast weiss, stark metallglänzend,

grösseres specif. Gewicht als das vorhergehende und ist, ch in dem feinsten Pulver, unveränderlich an der Luft, selbst + 70°—80° und zuweilen gar bedeutend über + 100° C.

Handelswaare ist das Arsen, das Berzelius mit Asβ bechnet und dieses muss man gewöhnlich auch bei der Probe darch zu erzielen suchen, dass man mit nicht zu kleinen Mengen s Probierguts arbeitet, keine zu grossen Vorlagen wählt und starke Abkühlung derselben verhütet. Am schönsten bildet sich bei der Probe in den Theilen der Retorte oder des ohrs, welche dem Feuer am nächsten lagen.

Ist das metallische Arsen nicht zu Handelswaare, sondern etwa ur Darstellung des rothen Arsenglases bestimmt, so lässt sich as Arsen in dem Zustande Asα weiter verarbeiten. Sucht man urch die Probe letzteren Zustand zu erreichen, so lassen ch die güntigsten Umstände hierfür nach dem Gesagten leicht htig herstellen.

§. 121. Dokimastische Probe auf die technisch darstellbare Menge arseniger Säure.

Man hat entweder einen Rohstoff auf die daraus darstellbare nge arseniger Säure zu untersuchen, oder zu ermitteln, wie l reine arsenige Säure in einer unreinen Säure enthalten ist. Allgemeines.

1. Benutzung eines Rohstoffs auf arsenige ure. Diese Probe wird, so weit mir bekannt ist, auf keiner senhütte vorgenommen, da bei diesen die Beschaffenheit der hstoffe sich selten sehr verändert; ihre Ausführung könnte doch mitunter, etwa zur Begründung einer neuen Anlage &c., tzlich werden. Man kann diese Probe auf zwei Wegen vorhmen, entweder

a. so, dass man die Gesammtmenge an Arsen im Probier- te durch eine Analyse oder nach der pag. 488 angegebenen thode bestimmt, dann eine andere Quantität des Probierguts ter der Muffel auf eine solche Weise röstet, wie dieses beim sen Betriebe auszuführen steht und nun wieder durch die alyse oder nach obiger Methode untersucht, wie viel im abrösteten Probiergute an Arsen zurückgeblieben ist. Die Dif- Verfahren.

ferenz im Arsengehalte gibt, auf arsenige Säure berechnet, die Menge der technisch darstellbaren arsenigen Säure an. Oder

b. man stellt sich für die dokimastische Probe eine Vorrichtung im verjüngten Massstabe her, welche der beim Gewinnungsprocess im Grossen benutzten nachgebildet ist. Dies geschieht etwa dadurch, dass in einen transportablen Muffelofen eine besonders zu diesem Zwecke geformte Muffel eingesetzt wird, welche bis auf einen niedrigen Muffelmund und einen kurzen Hals am hinteren Theile des Gewölbes geschlossen ist. In der Hinterseite des Muffelofens ist eine Öffnung, um durch solche eine Röhre einzubringen, welche mit dem hinteren Hals der Muffel luftdicht verbunden und lutiert wird; das andere Ende dieser Röhre ist ausserhalb des Muffelofens mit einem geräumigen und kalt gehaltenen Blechkasten verbunden, welcher im Innern mit Scheidewänden versehen ist und dadurch in mehrere Zellen getheilt wird. In der letzten derselben ist eine Öffnung für den Abzug der Gase, welche die Muffel passiert und in den Rohre und Blechkasten die gebildete arsenige Säure abgesetzt haben. Diese Öffnung kann noch mit lockerer Leinwand überspannt sein. In der Muffel werden nun nach und nach mehrere Pfunde des zu untersuchenden, in gröbliche Stücke zerkleinten Erzes abgeröstet und dann die arsenige Säure, welche sich im Rohre und besonders im Blechkasten abgesetzt hat, zusammengekehrt und verwogen; sollte sie nicht weiss erscheinen, so müsste sie nochmals in die Muffel gebracht und von neuem geröstet werden. Man könnte auch eine an beiden Enden offene thönerne Röhre mit einer schwachen Neigung durch einen Zugofen hindurch legen und das höher gestellte Rohrende sogleich oder durch ein zweites Rohr mit dem obigen Blechkasten verbinden. Nachdem man Erz in das Rohr gelegt hat, heitzt man den Ofen und lässt durch die untere Rohröffnung atmosphärische Luft über das glühende Erz streichen.

Auch könnte die Probe aushülfsweise in einer offenen, etwas langen Glasröhre geschehen, in welche man von dem Erze legt, sodann etwas neigt und das Erz in der Röhre erhitzt. Nach der Röstung wird der kalt gehaltene obere Theil der Röhre abgeschnitten und gewogen, sodann vollständig von der ar

n Säure gereinigt und nach dem Trocknen wieder gewogen. e Differenz gibt die Menge der arsenigen Säure.

2. Soll eine unreine arsenige Säure auf den Ge- Verfahren. lt an reiner Säure untersucht werden, so kann man

a. eine gewogene Quantität davon anhaltend mit Wasser chen, dadurch die reine arsenige Säure auflösen und aus- hen und dann den unlöslichen getrockneten Rückstand wiegen. rbei ist zu bemerken, dass 1 Theil arsenige Säure zwar in Theilen kochendem Wasser sich auflösen kann, aber beim kühlen nur in 20 Theilen Wasser gelöst bleibt. Man wird so zur Abkochung wenigstens das 21fache Gewicht an Wasser hmen müssen. Ausserdem muss diese mehrere Stunden fort- setzt und das verdampfende Wasser wieder nachgegossen rden. Auch hat man der Sicherheit wegen diese Auskochung t Wasser noch ein oder mehrere Male zu wiederholen. Zur ntrole kann man auch die Auskochung einer gewogenen Menge Probierguts mit einer wässerigen Pottaschen- oder Soda- ung vornehmen. Es geht dann die Auflösung der arsenigen re ganz ungleich schneller, indem sich arsenigsaures Kali r Natron bildet. Da jedoch das Alkali auf andere in der einen arsenigen Säure enthaltene Körper (antimonige Säure, wefelverbindungen &c.) ebenfalls einwirkt, so kann man se Auskochung mit Pottaschenlösung nur als annähernde trole benutzen.

b. Oder man kann in einem verschlossenen thönernen ben oder einer dergleichen Retorte eine Sublimation vor- men. Es wird allein der Boden der Retorte erhitzt und dieses chieht am einfachsten über freiem Kohlenfeuer. Der Hals Retorte wird leicht verstöpselt und man bedarf kaum einer lage. An der kälter gehaltenen oberen Wölbung (Kuppel) Retorte setzt sich bei länger anhaltendem Feuer die sich limierende arsenige Säure an und sintert zu einer festen sse zusammen, welche jedoch nicht so weich wird, dass sie der auf den Boden zurücktropft.

Hält die zu untersuchende arse chanischen Verunreinigungen zugle en oder Arsensuboxyd, so kann

falls dadurch bestimmen, dass man eine grössere Quantität Probierguts mit Wasser oder Pottaschenlösung auskocht und unlöslichen Rückstand bei Zusatz von Kohle einer Probe au darstellbare Arsenmenge unterwirft.

§. 122. Dokimastische Probe auf die Arse sulphuride.

Allgemeines. Es ist für diese Proben zu merken, dass zwar das r Schwefelarsen (rothes Arsenglas, Realgar) leich siger als das gelbe Schwefelarsen (gelbes Arsen Rauschgelb) ist, und letzteres wieder leichtflüssiger a arsenige Säure, dass jedoch, sollen sich die Sulphuride bei Sublimation erzeugen, besonders dann, wenn dieses bei der mation unmittelbar aus den Erzen geschehen muss, zu ihre stellung eine weit höhere Hitze erforderlich ist, als bei d für sich sublimiert werden können. Rothglühhitze genügt j auch dann noch völlig zu diesen Proben.

Von den früher genannten Mineralien geben ausser beiden natürlichen Arsensulphuriden nur Arsenkies (Fe Fe As^2), wie auch die entsprechend zusammengesetzten K und Nickelverbindungen (CoS^2 + $CoAs^2$, Glanzkobalt, NiS^2 + $NiAs^2$, Nickelarsenkies) bei der Sublimation in schlossenen Gefässen anfänglich etwas Schwefelarsen. Bei weiteren Sublimation entwickelt sich aus ihnen nur reines A indem Eisensulphuret arsenfrei zurückbleibt. Wird aber diegenes Arsen, Arsenkies oder Arseneisen (Fe welche gewöhnlich nur zu Gebote stehen, mit Schwefel gemengt einer Destillation unterworfen, so kann je nach Menge des angewandten Schwefelkieses aus diesem Gem sowohl ein gelbes, als auch ein rothes Schwefelarsen gewo werden. Statt des Schwefelkieses kann man Schwefel der Destillation mit zusetzen; auch kann man statt obiger A erze reine oder unreine arsenige Säure (sowohl mi namentlich bei gelbem Arsenglase, ohne Kohlenzusatz) mit d Zusatze von Schwefelkies oder von Schwefel einer Destil unterwerfen. Aus rothem Schwefelarsen durch Zusatz

efel bei der Destillation oder beim Zusammenschmelzen ein
s Schwefelarsen zu erzeugen, gelingt nicht recht, auch lässt
durch einfaches Zusammenschmelzen in niedriger Temperatur
weissem Arsenglase mit Schwefel ein gelbes, und durch
nmenschmelzen von metallischem Arsen mit Schwefel ein
s Arsenglas erzeugen. Es, bilden sich jedoch hierbei, be-
ers im letzteren Falle, ausser dem gewünschten Farbenglase,
eichend zusammengesetzte Sublimate, welche besonders be-
sichtigt werden müssen.

Zweck der Proben.

Die dokimastische Probe auf Arsensulphuride kann einen
elten Zweck haben, einmal kann man durch sie ermitteln
n, welche Menge Arsensulphurid aus einem vorliegenden
(natürliches, mit Gangart gemengtes Operment) oder Erz-
nge (Arsenkies &c. mit Schwefelkies) oder aus einem künst-
n Gemenge durch eine Sublimation zu gewinnen steht und
welcher Beschaffenheit das Product ausfällt; oder man sucht
die Probe (Beschickungsprobe) zu erfahren, welche
läge und in welcher Menge man solche bei der Destil-
einer vorliegenden Substanz zusetzen muss, damit ein
glas von bestimmter Farbe als Product erscheint und welche
tität desselben man zu erwarten habe.

Für diesen letzteren Zweck ist oft eine stöchiometrische
nung förderlich.

Rothes Arsensulphurid (AsS^2) besteht in 100 Theilen aus
1 Schwefel und 70,029 Arsen; gelbes Arsensulphurid (AsS^3)
9,097 Schwefel und 60,903 Arsen. Sind die Substanzen,
he Arsen entwickeln sollen, keine rein aufbereitete Mineral-
es oder reine arsenige Säure, so muss man solche für An-
ng dieser Rechnung zuvor einer Probe auf die darstellbare
nmenge unterwerfen. Dasselbe gilt für Schwefelkies und
efel, welche man dann zuvor einer Probe auf Schwefel
e den folgenden Abschnitt) zu unterziehen hat. Nach
Ausfalle dieser Proben lässt sich dann annähernd be-
nen, welche verhältnismässige Mengen der Substanzen für
Gewinnung eines verlangten Arsensulphurides gemeinschaft-
der Destillation zu unterwerfen sind. Nie darf man je-
versäumen, das Resultat der Berechnung durch die Aus-

führung einer Probe nach den berechneten Verhältnissen controlieren.

Producte der Arsenhütten.

Bei der hüttenmännischen Gewinnung der Arsensulphur bezweckt man jedoch keineswegs, bestimmte constante chemis Verbindungen herzustellen, sondern man hat die Erzeug einer bestimmten Farbe zum Ziele, da sich nach der Schön und Reinheit derselben ganz vorzugsweise der Preis der Ar sulphuride richtet. Für die Gewinnung eines schön rot Glases muss man das stöchiometrische Verhältnis noch ziem genau einhalten, auch Einmengungen von arseniger Säure vermeiden suchen.

Die im Grossen angewandten Methoden, Realgar da stellen, stimmen alle darin überein, dass man metallisch Arsen in einem geeigneten Verhältnisse mit Schwefel verei sei es unmittelbar durch eine gemeinschaftliche Sublimation j sender Erze (Arsen- und Schwefelkies), oder durch ein Zu menschmelzen und nachheriges Sublimieren von metallisch Arsen und Schwefel, oder durch Zusammenschmelzen von Ar kies und Schwefel und nachheriges Sublimieren.

Schwefelkies gibt nach der stöchiometrischen Rechnung b Erhitzen unter Luftabschluss 23 Procent Schwefel ab ($7\,FeS^2$ = $FeS^2 + 6\,FeS + 6\,S$), die Hüttenanlagen liefern meist u 15—18 Procent. Arsenkies entlässt unter gleichen Verhältn höchstens 46 Procent Arsen ($FeS^2 + FeAs = 2\,FeS +$ A so dass nach dem stöchiometrischen Verhältnis 130 Schwefelk und 152 Arsenkies 100 Realgar liefern. Man nimmt in der Pra gewöhnlich gleiche Theile von beiden. Ein Gehalt an arsen Säure macht den Realgar zu seinen gewöhnlichen Verwendun (Reduction des Indigos, Hagelgiesserei &c.) weniger brauchb

Das gelbe Arsenglas, im Grossen durch Zusamm schmelzen von arseniger Säure und Schwefel oder durch Sub mieren eines Gemenges derselben dargestellt (gewöhnlich 1 arsenige Säure und 15 Schwefel, während das stöchiometrisch Verhältnis 73 Schwefel erfordert), ist fast stets ein gelbfarbige Gemenge von gelbem Arsensulphurid und arsenig Säure, welche zu einem homogenen Ganzen verbunden sind Ein Drittel, oft schon $^1/_5$ oder noch weniger Schwefel, als d

hiometrische Rechnung verlangt, reicht hin, um die arsenige re hübsch gelb zu färben, was man für die Beschickungs- ben sehr zu berücksichtigen hat.

Die Destillation der Proben auf Arsensulphuride wird geführt wie eine Probe auf Arsen, nur lässt man das zusam- ngebogene Eisenblech aus dem Retortenhalse fort. Ist hierbei enige Säure mit in das Rohr oder die Retorte gebracht, so ss stets im Lutum eine kleine Öffnung bleiben, wenn auch ne Kohle mit zugesetzt ist, da sich dann schweflige Säure wickelt. Fallen die bei der Probe sublimierten oder abdestil- rten Arsengläser streifig oder nicht ganz gleichmässig in der rbe aus, so muss das Product bei möglichst abgehaltenem Luft- tritt und gelinder Hitze zusammengeschmolzen und dann erst Farbe beurtheilt werden. Dabei lässt sich durch Zusatz von wefel, Arsen oder schon fertigem Arsenglas die Farbe bei lgar heller oder dunkler machen. Probierverfahren.

Gutes Realgar hat eine morgenrothe, ins Hyacinthrothe und nliche übergehende Farbe, pomeranzengelben Strich und ist hscheinend; Rauschgelb ist von citronen- bis pomeranzen- er Farbe.

Man kann auch ohne Sublimation durch einfaches Zusam- schmelzen von reiner arseniger Säure mit wenigen Procenten einigtem Schwefel ein gelbes Arsenglas gewinnen, ebenso h durch Zusammenschmelzen von Schwefel mit feingepul- em Arsen ein rothes Arsenglas. Dieses Zusammenschmelzen n bei gelinder Hitze, im Grossen in bedeckten eisernen seln oder retortenartigen Vorrichtungen mit Vorlagen, bei den imastischen Proben am besten in kleinen Glaskolben ge- hen.

Siebenzehnter Abschnitt.

Proben auf Schwefel und auf Ro stein (Lech).

§. 123. Dokimastische Untersuchung der Schwefelerze.

Erze. Der Berg- und Hüttenmann betrachtet nur gediegen Schwefel und solchen enthaltende erdige Körper (Schwef erden), dann höhere Schwefelungsstufen der Met namentlich die des Eisens und Kupfers (Schwefelki Kupferkies) als Schwefelerze.

Erstere Erze lassen fast ihren ganzen Schwefelgehalt der hüttenmännischen Bearbeitung gewinnen, letztere dag bei dem gegenwärtigen Stande der Hüttenkunde nur einen T desselben, nemlich nur denjenigen, welchen die höheren Me schwefelungen bei einer Destillation, sich zu niedrigeren Sch felungsstufen zersetzend, abgeben können [1]). Bei dieser zw Klasse von Erzen interessiert es also den Hüttenmann in B auf Schwefelgewinnung nicht, den ganzen Schwefelgehalt Erzes zu erfahren. Diesen zu bestimmen, ist auf dokimastisch Wege auch weder bei diesen, noch anderen Erzen und Hü producten möglich und kann nur durch Hülfe der analytisch Chemie geschehen. Die nachfolgende erste dokimastische Pr

---

[1]) In Sicilien, welches jährlich über 1 Million Centner Schwefel Erzen (Erden) erzeugt, welche gediegenen Schwefel enthalten, w Erze mit 32—34 Procent Schwefel für sehr reiche, mit 25—26 P für reiche, mit 16—18 Procent für gute, mit 8—9 Procent für m und mit 3—5 Procent für arme gehalten. Die Krakauer Schw felerden enthalten 5—20 Procent Schwefel und das Ausbri brträgt gewöhnlich nur 7—10 Procent. Reiner Schwefelki (FeS^2) ändert sich beim Glühen für sich in geschlossenen Gef in Magnetkies ($6\,FeS + FeS^2$) nach Strohmeyer um; 100 T desselben müssten demnach 23,1 Theile Schwefel geben, die li anlagen liefern aus ihm meist nur 15—18 Procent. Kupfer $Cu^2S + Fe^2S^3$ mit 37 Procent Schwefel liefert noch weniger.

Schwefel gibt nur den zur Zeit hüttenmännisch ausbring-
n Schwefelgehalt der Erze an.

1. Destillierprobe. Von dem trockenen und in gröbliche Verfahren.
ke gepulverten Erze wird $^1/_4$—1 Pfund Civilgewicht abge-
en und in eine Retorte oder Röhre gefüllt, diese in einen
enden Ofen gelegt und nachdem der Hals der Retorte oder
re wie bei der Probe auf Quecksilber (pag. 396) mit einer
weise mit Wasser gefüllten und kühl gehaltenen Vorlage
h einen kurzen feuchten Papier- oder Leinwandcylinder in
bindung gebracht ist, wird bei allmählig steigender Hitze so
e gefeuert, bis aller abdestillierbare Schwefel sich entwickelt
und sich kein Schwefel weiter in der Vorlage mehr ansam-
. Um dieses gut beobachten zu können, wähle man als
lage ein gläsernes Gefäss. Bei solchen Erzen, welche den
efel gediegen enthalten, kann man für die Destillation eine
rne Retorte wählen, da bei der Untersuchung derselben die
nicht höher gesteigert zu werden braucht, als gutes Glas
lt; bei den Erzen der zweiten Art muss jedoch die Hitze
oss sein, dass eine gläserne Retorte weich wird und so
r ist, dass sie durch das Gewicht des Erzes zerdrückt und
ssen wird; für diese Erze muss man daher eine thönerne
te wählen, welche jedoch nicht porös sein darf und welche
zweckmässig vorher mit einer schwachen Lage eines steifen
s aus Lehm und Kochsalz (etwa gleiche Theile) überzogen
um sicherer die etwa vorhandenen feinen Poren zu ver-
en und zuzuschmelzen. Die Hitze muss bei diesen Erzen
zur vollen Rothgluth gesteigert werden. Sind diese Erze
, so werden sie vor dem Einfüllen zweckmässig mit Quarz-
vermengt, um ein Zusammenbacken derselben zu verhüten,
dieses eine Behinderung der Schwefelsublimation zur Folge
n würde. Bei armen Erzen oder denen der ersten Art ist
r Zusatz überflüssig.

Der gewonnene Schwefel hat sich theils in der Vorlage an-
mmelt, theils im Retortenhalse angesetzt; das Innere des
rtenhalses muss recht glatt sein, um den Schwefel leicht und
ständig ablösen zu können. Der Schwefel wird bei 100° C.

getrocknet und gewogen. Probe und Gegenprobe müssen stim-
mende Resultate geben.

Prüfung des Schwefels.

Der Schwefel aus Erzen, welche ihn gediegen enthielten, ist fast immer rein; der aus Schwefelmetallen dargestellte ist jedoch nicht selten durch Arsen, auch wohl durch Sele verunreinigt, welches so weit gehen kann, dass man schon aus der mehr oder weniger rothen Farbe des gewonnenen Schwefels auf einen derartigen Gehalt schliessen kann [1]). Aber auch aus der Farbe nach reiner Schwefel kann Arsen enthalten. Man kann einen solchen Arsengehalt entdecken, wenn man den fein gepulverten Schwefel längere Zeit mit Salpetersäure digeriert, die gewonnene klare Lösung zur Verdampfung der überschüssigen Säure einengt und dann salpetersaures Silberoxyd oder ein lösliches Kupfersalz zusetzt. Hat sich hierdurch ein Niederschlag gebildet, so wird dieser gesammelt, getrocknet und nach Vermengung mit Soda auf die bekannte Art vor dem Löthrohre auf Arsen untersucht. Ein Selengehalt würde sich zeigen, wenn man die durch Digestion des Schwefels mit Salpetersäure erhaltene und eingeengte Flüssigkeit mit etwas Schwefelsäure und dann mit einem schwefligsauren Alkali versetzte und stark erwärmte; Selen würde sich dadurch als rothes Pulver abscheiden und könnte der Absatz vor dem Löthrohre noch weiter untersucht werden. Eine quantitative Untersuchung des durch die dokimastische Probe gewonnenen Schwefels gehört ganz in das Gebiet der analytischen Chemie.

Auf dieselbe Art wie die Erze können auch die Zwischenproducte und Abfälle der Schwefelhütten untersucht werden.

Verfahren.

2. Indirectes Verfahren. Für den Fall, dass man sich bereits überzeugt hat, dass das Probiergut ausser Schwefel keinen Körper enthält, welcher durch die Hitze verflüchtigt wird, kann man nach Cramer die dokimastische Probe so anstellen, dass man 1 Centner des Probierguts, um ein Schmelzen der Probe zu verhüten, mit 2—3 Centner reinem Quarz mengt und in eine Probir-

---

[1]) Zinnober würde, falls er mit solchen Schwefelerzen vorkommen sollte, sich gleichzeitig mit sublimieren und in den letzten Theilen des erzeugenden Schwefels enthalten sein.

füllt, diese gut verschliesst und etwa ½ Stunde scharf ht. Man wiegt sodann nach dem Abkühlen den Rückstand l berechnet den Gewichtsverlust als die darstellbare wefelmenge. Wesentlich ist, dass die Probiertute gut verlossen wird, um eine Oxydation des Rückstandes möglichst vermeiden. Dieses Verfahren ist zwar einfacher, kann aber ht zu falschen Resultaten führen und lehrt ausserdem die Beaffenheit des darstellbaren Schwefels nicht kennen.

Wenn die Gewinnung des Schwefels bei den Hüttenprocessen höheren Metallschwefelungen nicht in verschlossenen Räumen chieht, sondern derselbe bei den Röstarbeiten nur nebenher onnen wird, so kann man den bei dem grossen Betriebe tehenden Schwefelverlust durch das Resultat der dokitischen Probe controlieren.

3. Werthbestimmung eines Erzes für die Schwe- Allgemeines. säurefabrikation. Gegenwärtig werden an einigen Orten wefel- und Kupferkiese zur Schwefelsäuregewinnung auf die Art tzt, dass das Erz in einer muffelartigen Vorrichtung von aussen im Schachtofen erhitzt und bei Luftzutritt so verröstet l, dass die gebildete schweflige Säure in die Schwefelsäuremern tritt. Bei diesem Verfahren lässt sich mehr schweflige re erzeugen, als dem durch die dokimastische Probe gewonne- Schwefel entspricht. Man würde hier fast den ganzen wefelgehalt des Erzes in schweflige Säure umändern können, n nicht dadurch ökonomische Nachtheile entständen, dass zur östung der letzten Schwefelmengen ein unverhältnismässiger wand an Brennmaterial erfordert wird. Die Abröstung wird er von den verschiedenen Schwefelsäurefabriken nicht gleich t getrieben. Um den Werth eines vorliegenden Erzes zur Verfahren. wefelsäurefabrikation zu bestimmen, ist es zweckmässig, den ammten Schwefelgehalt des rohen Erzes durch eine Analyse ermitteln, darauf eine andere Portion des Erzes so weit abösten, als dieses im Grossen geschehen kann und dann wieder rch die Analyse den rückständigen Schwefelgehalt im geteten Erze zu suchen. Je grösser die Differenz dieser beiden stimmungen, desto grösser ist der Werth des Erzes für die

Schwefelsäurefabrikation, falls nicht ein Arsengehalt d
Erze &c. noch modificierend einwirkt.

§. 124. Ausmittelung des in rohen oder geröstet Erzen und Hüttenproducten enthaltenen Schwef gehaltes.

A. Verfahren auf trockenem Wege (Rohstein- oder Lechprobe).

Zweck der Probe.

Der Zweck, für welchen man eine Probe auf Rohstein o Lech anstellt, kann sehr verschieden sein. Man kann dur sie z. B. ermitteln wollen, ein wie grosses Ausbringen an Ro stein (Lech) man bei einem hüttenmännischen Concentration schmelzen behufs der Anreicherung armer Gold- und Silberer aus einer gegebenen Beschickung zu erwarten habe, oder w weit eine beim Hüttenbetriebe ausgeführte Abröstung vorg schritten ist, oder wie viel Rohstein ein als Zuschlag zu gebend Schwefelkies enthaltendes Erz erwarten lässt, oder auch w weit die mechanische Aufbereitung silberhaltiger Fahlerze, nick haltiger Kobalterze &c. getrieben ist, oder wie gross die Me des aus einem vorgerösteten oder rohen Kupfererze zu hoffend Steinfalles ist u. dgl. Stets aber ist der allgemeine Zweck b der Probe auf Rohstein, die in dem Probiergute enthaltene Schwefelmetalle und die diesen analogen Arsen- und Antimo verbindungen mit geeigneten Zuschlägen (Borax, Glas, Kohle d zu einem Korne (Rohstein, Lech) zusammenzuschmelzen un von den im Probiergute enthaltenen erdigen Substanzen un verschlackbaren Metalloxyden zu trennen; die gleichzeitig vo handenen schwefelsauren, arsenigsauren &c. Metallsalze werde durch einen Zusatz von Kohlenstaub, Kolophonium Pech oder Harz in Schwefel-, Arsen- &c. Metalle reducir und fliessen bei der Probe mit dem Rohsteinkorn zusammen. De Zuschlag von Borax, Glas &c. soll dazu dienen, die erdige und verschlackbaren Substanzen in einen sehr dünnen Fluss z bringen, damit sich der Rohstein leicht zu einem einzigen Korn vereinigen könne. Alle im Probiergute enthaltenen höheren

hwefelungsstufen oder Arsenverbindungen werden bei diesem hmelzen in entsprechende niedrigere Schwefel- und Arsenrbindungen umgeändert. Man erfährt also durch das Gewicht s bei der Probe erhaltenen Rohsteinkorns nicht die Menge r wirklich in einem Probiergute enthaltenen Schwefel- und senmetalle, sondern man erhält nur ein Anhalten, wie hoch h der Rohsteinfall aus dem Probiergute belaufen würde, wenn an solches beim grossen Betriebe im Schachtofen mit Kohlen hmilzt und bei diesem Schmelzen für die Bildung einer guten hlacke sorgt, und dieses ist auch gewöhnlich der praktische weck, welchen man durch die Proben auf Rohstein erreichen ill. Genau wird zwar das Resultat der Probe mit dem grossen illenbetriebe selten übereinstimmen, da bei letzterem noch hrere Umstände modificierend einwirken, aber diese Proben ben unter solchen Umständen ein sehr gutes Schätzungsmittel sind für manchen Zweck zu empfehlen.

Verfahren.

Die Vorschriften zur Anstellung der Proben auf Rohstein r Lech weichen etwas, doch nicht sehr wesentlich von einer ab. Am allgemeinsten wird zu 1 Probiercentner des fein geriebenen Probierguts ein bis zu 1—3 Centner gehender hlag von Boraxglas, auch wohl ausserdem noch $\frac{1}{4}$—1 Centner allfreies Glaspulver oder statt dessen, was jedoch weniger ckmässig ist, etwas Flussspath, zugemengt, ferner einige 10) Pfund Kohlenstaub oder, was sich für manches Probier- noch zweckmässiger erweist, 6—10 Pfd. Kolophonium, wenn alloxyde oder schwefelsaure Salze vorhanden sind. Eine für e Fälle passende Beschickung ist 1 Centner Erz, 2—3 Centner ax (oder $1\frac{1}{2}$ Centner Boraxglas), 1 Centner Glas und 10 Pfund phonium.

Zu Schemnitz nimmt man auf 1 Centner Probiermehl entner Lechfluss, bestehend aus 3 Glas und 1 Borax, nebst hsalzdecke.

Die Probe wird in einen gewöhnlichen kleinen Thontiegel r in eine Probiertute eingefüllt, mit einer Lage Kochsalz —3 Centner) bedeckt, hierauf mit einem auflutierten Tl l verschlossen und $\frac{1}{2}$—$\frac{3}{4}$ Stunden lang in eine ende Muffel oder einen gleich wirkenden Tiegelofen

so dass die ganze Masse bei abgehaltenem Luftzutritte in dünnem Fluss kömmt.

Der ausgebrachte Rohsteinkönig, welcher wenigstens 1" hoch mit Schlacke bedeckt sein muss, kann seinem Ansehen und äusseren Verhalten nach nur in einzelnen Fällen und auch dann nur ganz entfernt annähernd etwas über die Art der Schwefelung Metalle bestimmen; dieses ist auch nicht Zweck der Probe, welche man gewöhnlich nur Erze und Hüttenproducte unterwirft, über deren Metallgehalte man bereits anderweitig mehr oder weniger Kenntnis hat.

Nachdem die Probe in dünnem Flusse gewesen ist, lässt man sie langsam erkalten. Beim Aufschlagen muss man behutsam verfahren und das erhaltene Rohsteinkorn, welches sich bei gerathener Probe leicht und vollständig von der Schlacke trennen lässt, bald wiegen, weil Rohsteinkönige, welche reich an Schwefeleisen sind, schon nach 1—2 Stunden zu einem schwarzen Pulver an der Luft zerfallen, wozu ein Gehalt an Schwefelnatrium viel beiträgt. Ein solcher Stein ist für die Roharbeit besonders erwünscht. Rohsteinkönige dieser Art zeigen sich auf dem Bruche feinkörnig und haben eine gelbliche oder grünlich graue Farbe. Rohsteinkönige, welche neben einem nicht unbeträchtlichen Gehalte an Schwefeleisen viel Arsen oder Antimon enthalten, sind auf dem Bruche feinkörnig, weissgrau und zerfallen erst nach mehreren Tagen. Ist der Gehalt an Schwefeleisen sehr gering, der an Arsen- und Antimonmetallen dagegen sehr bedeutend, so zerfallen die speiseartigen Rohsteinkönige gar nicht; ebenso zerfallen die nicht, welche viel Schwefelblei neben Schwefeleisen enthalten und diese sind dann weissgrau und mehr oder weniger blätterig auf dem Bruche. Die Strengflüssigkeit der Zinkblende erschwert die Rohsteinproben sehr, wenn sie neben Schwefeleisen in bedeutender Menge vorhanden ist, und man sucht durch starken Boraxzuschlag und hohe Schmelztemperatur das Zink möglichst zu entfernen. Der Rohsteinkönig wird dann strahlig auf dem Bruche, zerfällt auch nicht an der Luft. Wächst der Gehalt an Blende so sehr, dass er vorherrschend wird, so ist kaum noch oder gar nicht mehr Probe auf Rohstein möglich, da dann, selbst bei erhöhetem

ze von Borax, die Schlacke ganz mit Blende durchzogen in pflegt und nur ein zu kleines oder gar kein gesondertes einkorn erfolgt, wenn nicht gleichzeitig Blei vorhanden ist. pflegt wohl, ist merklich Blende im Probiergute enthalten, ochsalzdecke stärker zu nehmen, da hierdurch die Abtren- des Rohsteins erleichtert wird.

Bei bleiischen und blendereichen Geschicken ist das Resultat Probe zu verwerfen.

Lecharme Erze erfordern zur Ansammlung ihres Lech- ltes einen Zusatz von Kupfer, damit sich der Lech gut von Schlacke trennt, oder einen Zusatz von reinem Kies mit be- tem Lechgehalte, der dann in Abrechnung gebracht wird.

Werth der Lechprobe.

Die Lechprobe bezweckt hauptsächlich die Bestimmung des altes an Schwefeleisen in einem Erze, welches bei Schmelz- essen zugeschlagen wird, um vorhandenes Blei, Kupfer und er (Gold geht mechanisch in den Lech) zu schwefeln, die chwefelten Metalle, gegenüber der Menge Gebirgsarten, in r geringern Lechmenge anzusammeln und auch theilweise Bildung eines leichten Schlackenflusses durch Erzeugung s Eisenoxydulsilicates beizutragen. Die Lechprobe entspricht nnach nur dann ihrem Zwecke vollständig, wenn das Erz sser Schwefeleisen keine anderen Schwefelmetalle enthält, mit in den Rohstein gehen. Kommen in dem Erze Kupfer, i, Antimon, Arsen und Zink vor, so lässt sich aus den An- en der Probe der Einlösungswerth der Kiese ohne Weiteres ht ableiten, es müssen dann die Mengen der vorhandenen deren Schwefelmetalle in ihren diesfälligen eigenthümlichen flüssen, gegenüber der Menge des vorhandenen Schwefel- ens, mit Bezug auf den in Anwendung stehenden Metallaus- ngungsprocess in Anschlag gebracht werden, weil deren An- senheit ungemeine Modificationen im Werthe der Kiese her- rbringt [1]).

Ein Kupferkiesgehalt in den Geschicken wirkt mehr rtheilhaft als nachtheilig, nicht nur wegen der Affinität des pfers zum Silber (wodurch allerdings die Extraction des Sil-

[1]) Markus in der Österr. Zeitschr. Nr. 6, 19, 20, 35, 36 de 1856.

bers durch Blei erschwert wird), sondern auch dadurch
er eine bessere Separation des Leches von der Schla
wirkt. Schwefelblei verhindert nicht nur die Verschl
des Silbers, sondern ist auch, wie der Kupferkies, ein
liches Ansammlungsmittel für das Gold. Schwefelan
und Schwefelarsen geben, in grösserer Menge vor
zur Speisebildung Veranlassung, verlängern den Hütten
und erhöhen den Silber- und Goldverlust durch Verflüc
in Folge der öfters erforderlich werdenden Verröstung. S
felzink ist die schädlichste Beimengung; dasselbe er
die Lechbildung und die Ansammlung des Silbers und
stört durch Ansatzbildung und seine Strengflüssigkeit d
malen Ofengang, veranlasst Silberverluste durch Verflüc
vermindert das specif. Gewicht des Steins, so dass er s
der Schlacke nur schwierig trennt &c. Es ist deshalb
Wichtigkeit, für solche zinkischen Erze nicht blos den
halt, sondern das Verhältnis des Schwefeleisens zum Sc
zink festzustellen, was auf massanalytischem Wege (wi
geschehen kann.

Die Kies- und Silberschliche oder Leche werden
centrierter Schwefelsäure bei Kochhitze zersetzt, wobei
Wasser unlösliche basische Eisenoxyd- und Oxydulsa
zeugen. Diese zerlegt man mit Schwefelnatrium und
die gebildeten Schwefelmetalle mit Schwefelsäure, wob
die in der Säure unlöslichen Schwefelungen von den l
trennen. Man kocht zur Vertreibung des Schwefelwass
filtriert, wobei Schwefelblei, Schwefelkupfer, Schwefe
Gold, Quarz, unzersetzte Silfcate &c. auf dem Filter b
oxydiert das Eisen im Filtrat durch Salpetersäure oder
saures Kali und fällt dasselbe aus der heissen Lösung
tronlauge bis zur stark alkalischen Reaction, wobei das
Lösung bleibt. Man lässt absetzen, dekantiert, filtriert,
das Filtrat mit Schwefelnatrium und bestimmt das Zin
der Schwarz'schen oder Altenberger Methode (pa
und 420).

Das Eisenoxydhydrat wird vom Filter mit verdünnte
säure weggelöst, die Eisenchloridlösung durch Kochen m

Chlorür reduciert und das Eisen nach dem Margueritte'schen Verfahren (pag. 274) ermittelt.

Ein Kupfer-, Blei-, Silber- und Goldgehalt lässt sich in dem ursprünglichen Niederschlage bestimmen.

Wenngleich die Scheidung des Eisens vom Zink mittelst Natrons nicht absolut ist, so ist sie für den vorliegenden Fall hinreichend genau.

Auf den Werth der Geschicke influiert auch noch der Kalkgehalt. Derselbe erfordert zu seiner Neutralisation eine Theilung von Kalk, wodurch sich eine grössere Menge Schlacken ergibt, die eine Erhöhung der Schmelzkosten und des Metallverlustes herbeiführt.

B. Titriermethode.

Allgemeines.

Die beschriebene Lechprobe bietet kein sicheres Anhalten, um in einem gerösteten Erze oder Hüttenproducte den Gehalt an Schwefel, welcher theils als solcher an Metalle, theils als Schwefelsäure an Metalloxyde gebunden sein kann, annähernd zu bestimmen. Nachstehendes, von Th. Richter auf den Freiberger Hütten für die Prüfung gerösteter Erze auf einen Schwefelgehalt an Schwefel und Schwefelsäure eingeführtes Verfahren[1]) gibt in kurzer Zeit genaue Resultate.

Verfahren.

1 Gramm möglichst fein aufgeriebenes Erz wird mit 2 Gramm trockenem kohlensauren Kali oder eben so viel entwässertem schwefelsäurefreien kohlensauren Natron und 2 Gramm Salpeter in einer Porzellanschale zusammengerieben, in ein Schälchen von starkem Eisenblech von 1 Zoll Tiefe und 2¼ Zoll oberem Durchmesser gethan und vier solcher Schälchen entweder unmittelbar auf den Boden einer nicht zu stark rothglühenden Muffel oder besser auf bereits schon in der Muffel zu diesem Behufe stehende Probierscherben gesetzt. Ist die Masse nach 5—8 Minuten ruhig geworden, so nimmt man die Schälchen aus dem Feuer, lässt erkalten, weicht die Masse mit siedendem Wasser auf, filtriert die Flüssigkeit in ein kleines Becherglas und wäscht den Rückstand mit möglichst wenig Wasser aus. Das Filtrat

[1]) Plattner, die metallurg. Röstprocesse. Freiberg 1856, p. 378.

wird unter allmähligem, aber starkem Zusatz von Salzsäu
zur Austreibung der salpetrigen Säure auf dem Sandba
hitzt und sodann aus einer Quetschhahnbürette, die in ¼
centimeter eingetheilt ist, so lange titrirte Chlorbarium
hinzugefügt, bis kein Niederschlag mehr entsteht. Man s
Chlorbariumlösung zu der heissen Probeflüssigkeit allmäh
indem man nach dem jedesmaligen Zusetzen und Umrühre
Niederschlag Zeit zum Absetzen lässt, was gewöhnlich
einigen Minuten geschehen ist. Der bei neuem Zusatz
fallende schwefelsaure Baryt erscheint als eine weisse
Kennt man den ungefähren Schwefelgehalt der gerösteten
wie in Freiberg, so wird das Verfahren dadurch abg
dass man gleich die ungefähr erforderliche Chlorbarium
zusetzt und dann mit einem allmähligen Zusatze davon fo

Eine solche Probe erfordert etwa 2 Stunden Ze
Zuhülfenahme mehrerer Büretten lassen sich in derselb
4 Proben ausführen. 1 Cubiccentimeter der Chlorbarium
enthält 0,152 Gramm reines krystallisirtes Chlorbarium,
0,050 Gramm Schwefelsäure oder 0,020 Gramm Schwef
fällen.

Achtzehnter Abschnitt.

Dokimastische Untersuchung
Brennmaterialien.

§. 125. Allgemeines.

Eigenschaften der Brennstoffe.

Die zur Erzeugung von Wärme in der Technik angew
Brennmaterialien werden entweder dem Pflanzenreiche (
und dem Steinreiche (Torf, Braunk
Anthracit) entnommen oder si
nannten rohen Brennstoff
niger vollständiger Abs

en) künstlich dargestellt (Holzkohle, Torfkohle, es aus Braun- und Steinkohle). Die natürlichen oder en (vegetabilischen und fossilen) Brennmaterialien organischen Ursprungs und bestehen im Wesentlichen aus enstoff, Wasserstoff und Sauerstoff (zuweilen mit geringen gen Stickstoff) und gewissen unorganischen Verbindungen, che beim vollständigeren Verbrennen des Kohlenstoffs und serstoffs zu Kohlensäure und Wasser als Asche zurückben.

Beim Erhitzen unter Luftabschluss (trockne Destillan, Verkohlen, Vercoken) geben die genannten Elestarstoffe andere Verbindungen ein, indem sie den Gesetzen Verwandtschaft folgen; zunächst verbindet sich der Sauerf mit dem Wasserstoff zu Wasser und dann die dabei überüssig bleibende Gasart mit dem Kohlenstoff zu Kohlensäure r Kohlenoxydgas und zu Kohlenwasserstoff. Diese Verbingen entweichen theils als mehr oder weniger brennbare se, theils verdichten sie sich zu Flüssigkeiten (Theer, sigsaurem oder ammoniakalischem Wasser). Bei ser Umsetzung der Atome bleibt von Sauerstoff oder Wasstoff niemals so viel übrig, dass davon sämmtlicher Kohlenf in flüssige oder gasförmige Verbindungen verwandelt wird, Folge dessen sich ein Theil desselben, mit den Asche gebenn Bestandtheilen vereinigt, als Kohle ausscheidet. Je mehr uerstoff ein Brennmaterial enthällt, um so geringer ist die sbeute an Kohle und an brennbaren Gasen, je mehr Wasserff, um so grösser an brennbaren Gasen. Das Verhältnis des asserstoffs zum Sauerstoff ist im Holze wie 1 : 7, im Torfe 1 : 6, fossilen Holze 1 : 6, in der Braunkohle 1 : 4, in der Steinhle 1 : 3 oder 2, im Anthracit 1 : 1. Mit abnehmendem Sauerff nimmt der Kohlenstoff in demselben Verhältnis meistenils zu; während er bei dem Anthracit etwa 90 Procent trägt, sinkt er in der eigentlichen Steinkohle bis zu 80 Prounkohle bis zu 70 Procent, im fossilen Holze cent und im Holze zu 50 Procent. Bei den er einen Gattung in die andere erleidet ationen. Je reicher ein Brennmaterial

an Kohlenstoff wird, eine um so grössere Hitze entwickel
selbe im Verbrennen, ist jedoch auch um so schwerer en
lich (Anthracit); mit zunehmendem Wasserstoffgehalt wi
Entzündlichkeit grösser. Der Wasserstoff entweicht bei
zünden schon bei einer unter der Rothgluth liegenden
peratur.

Die Unvollkommenheit der meisten Feuerungsvorrich
gestattet keine vollständige Verbrennung der Brennstoffe
dern es findet gleichzeitig eine Verkohlung derselben
Während sich nämlich an ihrer Oberfläche der am leic
oxydable Bestandtheil, der Wasserstoff, mit dem Sauerst
Luft verbindet, wirkt die dabei entwickelte Hitze auf das
der Stücke verkohlend ein, in Folge dessen brennbare
daraus hervortreten. Diese entzünden sich und bilde
Flamme, während der nebst der Asche zurückbleibend
lenstoff sich oberflächlich allmählig mit Sauerstoff verbind
Glühefeuer gibt. Die künstlichen Brennmaterialien
kohlen, Torfkohlen, Cokes von Braun- und Steinkohlen) w
hauptsächlich zur Erzeugung von Glühefeuer benutzt, die
zu Flammenfeuer. Je mehr Wasserstoff ein rohes Brennm
enthält, eine um so längere Flamme pflegt dasselbe zu
je mehr Kohlenstoff, eine um so kürzere Flamme, dagegen
Glühefeuer. Beim Flammenfeuer liegt der heisseste Pu
der Peripherie der Flamme, beim Glühefeuer unmittelb
der glühenden Oberfläche.

Zweck der dokimastischen Proben.

Es sollen nun einige Versuche hier angegeben w
welche sich meist mit den gewöhnlichen Utensilien des
rers anstellen und ohne besondere Schwierigkeiten aus
lassen.

Aus den Resultaten, welche diese Versuche liefern
sich allerdings nicht immer vollständig über den Werth und
wendbarkeit eines Brennmaterials zu bestimmten metallurg
Zwecken urtheilen, da ausser den durch eine dokima
Untersuchung zu erörternden möglichen Eigenschaften der
materialien noch viele andere Eigenthümlichkeiten de
von dem Hüttenmanne in Betracht gezogen werden m

anz abgesehen von den oft fast ganz allein entscheidenden erkantilischen und ökonomischen Verhältnissen.

Alle Erfahrungen, welche die Hüttenkunde über die Anendbarkeit und Bevorzugung gewisser Brennmaterialien zu den sondern hüttenmännischen Operationen gesammelt und theilweise zusammengestellt hat, muss der Hüttenmann kennen und nutzen, wenn er über ein bestimmtes Brennmaterial zu einem stimmten Zwecke ein sicheres Urtheil fällen will. Aber es rden ihn oft die Resultate der dokimatischen Versuche bei nem Urtheile leiten können und nicht weniger häufig werden diese Versuche als Vorarbeit fast unerlässlich sein.

Ganz besonders tritt dieser Umstand bei der Beurtheilung Brennmaterialien aus dem Mineralreiche ein.

Ohne vorgängige Versuche im Laboratorio anstellen zu len, wird man immer gezwungen bleiben, um die Brennkraft Anwendbarkeit eines für den hüttenmännischen Gebrauch timmten Brennmaterials zu erfahren, dieses sofort in dem n, auf dem Roste &c. versuchsweise anzuwenden, für den verwendet werden soll, und die Wirkung zu beobachten, che es liefert. Ist es dann möglich, die Beobachtung rein sicher zu machen, so geschieht die Bestimmung der Brenn- Heizkraft, wie der Anwendbarkeit überhaupt auf eine Art Weise, deren Zuverlässigkeit durchaus nicht bezweifelt rden kann. Allein diese Art, die Heizkraft &c. zu bestimmen, dennoch in nicht wenigen Fällen sehr viel Unangenehmes kann sie wenigstens sehr zeitraubend und kostspielig wer-. Man wolle unter den vielen möglichen Fällen z. B. bei er Schachtofenschmelzung für ein bisher übliches bekanntes nnmaterial ein anderes substituieren, so wird eine mehr oder niger lange Zeit erforderlich sein, um für das neue unbeinte Brennmaterial erst wieder das rechte Verhältnis des Erzes &c. zu finden. Irrungen und Abweichungen von diesem ligen Verhältnisse sind anfänglich fast unvermeidlich, wo- [illegible]ungen im Schachtofengange, schlechtes Ausbringen, n sind. Es ist sogar möglich, dass sich ein nicht schengehalt des neuen Brennmaterials oder kannter Nebenbestandtheil desselben oder

sonst eine, jetzt erst zur Evidenz gelangende Beschaffenheit desselben es für den beabsichtigten Zweck ganz unbrauchbar erscheinen lässt und dadurch die Folgen der versuchsweisen sofortigen Substitution noch verschlimmert werden.

Vorgängige dokimastische Versuche können nun zwar die eben angedeutete Versuchsanwendung des neuen Brennmaterials nicht entbehrlich machen, aber sie können dieser wesentlich vorarbeiten, sie sehr erleichtern und abkürzen, auch etwa vorliegende, mehr oder weniger erschwerende Umstände oder gar die Unmöglichkeit der Anwendbarkeit voraussehen lassen.

Ein anderes Beispiel ist die Lösung der Aufgabe: wie viel eines vorliegenden Torfs oder Steinkohle wird man bei entsprechender Änderung des Rostes &c. nöthig haben, um in einem Glühofen dieselbe Wirkung zu erlangen, welche man bisher mit einer bestimmten Quantität Holz oder einer andern Torfsorte erzielte?

Eine dokimastische Untersuchung der Brennmaterialien macht es auch möglich, zwei oder mehrere Hüttenprocesse, welche unter gleichen oder mehr oder weniger verschiedenen Verhältnissen mit gleichen oder verschiedenen Erzen ausgeführt werden, in Bezug auf Ökonomie des Brennmittelverbrauchs rationeller vergleichen zu können, als es ohne derartige Untersuchungen möglich ist.

Die dokimastische Untersuchung der Brennmaterialien erstreckt sich nun auf folgende 11 Puncte:

1. Auf eine Untersuchung des äussern Ansehens des Brennmaterials, Grad der Lockerheit oder Dichtigkeit desselben, Bruchansehen, Grösse und Form der einzelnen Stücke &c.

2. Auf die Bestimmung des adhärierenden Wassergehaltes.

3. Auf die Ermittelung des specif. Gewichtes.

4. Auf die Bestimmung des absoluten Wärmeeffectes (der Brennkraft).

5. Auf die Ermittelung des specif. Wärmeeffectes.

6. Auf die Ermittelung des pyrometrischen Wärmeeffectes oder der Heizkraft.

7. Auf die Ermittelung der Qualität und Quantität der festen Verkohlungsproducte.

8. Desgl. der flüchtigen Producte bei der Verkohlung.
9. Auf die Bestimmung eines Schwefelgehaltes.
10. Auf die Bestimmung des Aschengehaltes der Qualität und ...ntität nach.
11. Auf die Bestimmung der übrigen Eigenschaften, welche ... Brennmaterial beim Verbrennen und Verkohlen zeigt.

126. Untersuchung des äusseren Ansehens eines ...rennmaterials, Grad der Lockerheit oder Dichtigkeit desselben, Bruchansehen, Grösse und Form der einzelnen Stücke &c.

Allgemeines

Das äussere Ansehen, sowie das Bruchansehen eines Brenn- ...ferials lässt oft schon wichtige Schlüsse auf seine Verwendbar- ...t zu einem bestimmten Zwecke machen (Vorhandensein von ...wefelkies, Gyps, Zerklüftung, Einlagerung erdiger Stoffe &c.). ... der grösseren oder geringeren Lockerheit hängt hauptsächlich der Grad der Entzündlichkeit und die erforderliche Anwendung von mehr oder weniger stark gepresster Luft ab, desgleichen ... Abgang beim Transport durch Reibung der einzelnen ...cke an einander und die dadurch veranlasste Verwandlung ... ganzen Stücken in ein mehr oder weniger brauchbares Pulver. ...yfair und de la Beche [1]) suchten für diesen Abgang beim ...nsport oder für den Grad der Cohäsion von Steinkohlen, Schröt- ... [2]) für Braunkohlen einen wenigstens relativen Massstab dadurch ... gewinnen, dass sie verschiedene Proben gleichlang in einer ...mmel rotieren liessen und den gebildeten Staub absonderten ... wogen. Man kann alsdann die Cohäsion in Procenten Kohle ...drücken, welche nach der Behandlung im Rollfass auf einem ...b von 1 Quadratzoll Maschenweite zurückbleiben.

Die Grösse und Form der Stücke ist z. B. von wesentlichem ...flusse auf den Raum, den ein Brennstoff beim Aufstauen ein-

---

[1]) Dingl. CX, 212, 263; CXIV., 346. — Lieb ... 48, p. 1117; 1849, p. 708.

[2]) Wien. Acad. Ber. 1849, November und Jahresber. 1849, p. 709.

nimmt. Dieser für die Dampfschifffahrt ungemein belangreiche Factor kann nicht durch das specif. Gewicht bestimmt werden, sondern muss wegen der Zwischenräume direct gemessen werden. Derselbe wird um so kleiner, je mehr die Form des Brennstoffs cubisch ist. Auch in dieser Beziehung haben Playfair und de la Beche für Steinkohlen behufige Ermittelungen vorgenommen.

§. 127. Bestimmung des adhärierenden Wassergehaltes.

Einfluss eines Wassergehaltes.

Der adhärierende Wassergehalt übt einen wesentlichen Einfluss auf den Brennwerth der Brennstoffe aus, indem er nicht nur deren Gewicht vergrössert, sondern auch insofern nachtheilig wirkt, dass das vorhandene Wasser zur Verflüchtigung eine gewisse Menge Wärme erfordert, welche dem Brennmaterial während des Brennens entzogen und Veranlassung zu einer unvollkommenen Verbrennung wird. Hierin liegt mit der Grund, weshalb man mit Holz, Torf und Braunkohlen nie eine so hohe Temperatur hervorbringen kann, als mit Steinkohlen, Anthracit und verkohlten Brennstoffen.

Verfahren.

Die Bestimmung des Wassergehaltes geschieht auf die Weise, dass man 1 Probiercentner zerkleintes Brennmaterial in einem Uhrglase, einem Röstscherben &c. entweder im Wasserbade (Taf. III. Fig. 52, 53) bei 100° C. oder im Luftbade (Taf. III. Fig. 54) bei 110° C. trocknet. Auch leitet man wohl über die in einer Glasröhre bis 100° erhitzten Brennstoffe einen durch Chlorcalcium getrockneten Luftstrom. Zuweilen bestimmt man zur Ermittelung der hygroskopischen Eigenschaften der Brennstoffe die Wassermengen, welche dieselben im vorher getrockneten Zustande in 24 Stunden wieder anziehen.

§. 128. Bestimmung des specifischen Gewichtes

Abhängigkeit.

Das specif. Gewicht eines Brennstoffes hängt von seiner natürlichen Dichtigkeit, dann aber auch von seinem Aschengehalt ab, und es scheint dasselbe mit der mehr oder weniger leichten

dlichkeit im Verhältnis zu stehen.

Bei gleichem Volum bringt bei den verkohlten Brennmaen das specif. schwerere — vorausgesetzt, dass dieses ere Gewicht nicht durch einen grösseren Gehalt an Asche den Bestandtheilen hervorgerufen ist — eine grössere ng hervor, als das specif. leichtere.

Die Bestimmung des specif. Gewichtes ist meist etwas unwegen der Risse, Spaltungen &c., mit welchen die Brenndurchzogen sind. Man erhält in Folge dessen gewöhnlich erschiedenes Resultat der Wägung, je nachdem man den stoff längere oder kürzere Zeit im Wasser liegen lässt und dadurch Gelegenheit erhalten hat, mehr oder weniger in palten und Poren einzudringen. Die Bestimmung des specif. htes geschieht entweder mit dem gepulverten oder in kleinen en vorhandenen Brennmaterial, in welchem letzteren Falle sich auch des Nicholsonschen Aräometers bedienen kann.

29. Bestimmung des absoluten Wärmeeffectes (Brennkraft).

Der Werth eines Brennstoffes, einem bestimmten praktischen Werth eines Brennstoffes.
ke gegenüber, hängt hauptsächlich von dem Preise desselnd der davon erforderlichen Quantität ab. Letztere richtet wieder nach der Wärmemenge, welche sich aus einer nmten Gewichtsmenge (absoluter Wärmeeffect) oder besimmten Volumen (specif. Wärmeeffect) des stoffes beim vollständigen Verbrennen entwickeln lässt. f ist von wesentlichem Einflusse der Sauerstoff-, Aschen- Wassergehalt des Brennstoffs. Je weniger derselbe von diesen enthält, desto grösser ist der Heizwerth, welcher lem Zunehmen an Kohlenstoff und Wasserstoff wächst.

Ob diese Verbrennung schnell oder langsam geschieht, ändert erzeugte Wärmequantität nicht, aber es wird dadurch die der Temperatur, der pyrometrische Wärmeeffect oder die kraft bedingt. Die Brennkraft (der absolute und specif. neeffect) ist daher lediglich von der chemischen Beschaffendes Brennmaterials abhängig, die Heizkraft zum Theil von Verbrennungszeit, — welche letztere wieder durch die Luft-

zuführung, Ofenconstruction &c. bedingt ist, — zum Theil vo der Lockerheit und leichten Entzündbarkeit des Brennm terials.

Bestimmung des absol. Wärmeeffects.

Es kommt zunächst auf die Ermittelung des absolute Wärmeeffectes oder der Wärmemenge an, welche gleic Gewichte verschiedener Brennmaterialien zu entwickeln v mögen. Da man für die Wärme kein bestimmtes Mass hat, drücken die bei diesen Ermittelungen gefundenen Zahlen nic die entwickelten absoluten Wärmemengen, sondern nur relati Wärmemengen aus, d. h. sie zeigen an, um wie viel die a einem Brennmaterial darstellbare Wärmemenge die aus eine andern zu erzeugende übertrifft. Dabei wird die Verbrennu so ausgeführt, dass sich nur Kohlensäure und nicht später wied Kohlenoxydgas bildet. Lockerheit, Entzündbarkeit &c. der Brenn materialien kommen daher hierbei gar nicht in Betracht, was f die Benutzung der Resultate, welche eine dokimastische Unte suchung auf den absoluten Wärmeeffect ergeben hat, auf ei praktische Anwendung zu berücksichtigen bleibt.

Zur Ermittelung der Brennkraft hat man verschiedene Wa eingeschlagen; man hat bestimmt:

a. die Wassermenge von 0°, welche durch Verbrenn einer bestimmten Quantität Brennstoff auf 100° C. gebracht werd konnte. (Nach Laplace, Peclet, Rumford [1]) u. A.)

Es erhitzt danach 1 Gewthl. Wasserstoff 236 Theile u 1 Theil Kohlenstoff 78 Theile Wasser von 0°—100° C. Werd die auf diese Weise gefundenen Verhältniszahlen mit 100 mul pliciert, so erfährt man, wie viel Gewichtstheile Wasser von eine bestimmten Gewicht Brennmaterial um 1° C. erwärmt werde Danach erwärmt 1 Gewichtstheil Wasserstoff 23600 Gew. u 1 Gewthl. Kohlenstoff 7800 Gewthle. Wasser um 1° C.

Diese, den absoluten Wärmeeffect repräsentierenden Verhältn zahlen hat man Wärmeeinheiten genannt. Dividiert ma dieselben, um einfachere Verhältnisse und den absoluten Wärm

[1]) Rumford über die Wärme. Berlin 1805. — Erdm., J. f. ökon techn. Chem. II., p. 339.

des Kohlenstoffs als Einheit zu erhalten, durch 7800, so sich der absolute Wärmeeffect des Wasserstoffs etwa 3mal oss, als der des Kohlenstoffs;

. die Eismenge, welche dadurch zum Schmelzen gebracht en kann (nach Clement Dalton, Calorimeter von La- e und Lavoisier);

. die Wassermenge, welche von 1 Pfund verschiedener materialien in Dampf verwandelt wird (nach Karmarsch [1]). rmittelung des Heizwerthes der wichtigeren Brennstoffe des s. Staates ist dieses Verfahren mit der Modification ange- worden, dass man untersuchte, wie viel Pfund Wasser 0° R. durch 1 Pfund Brennmaterial in Dampf von 88—92° ndelt werden [2]);

. die Wärmeab- und Zunahme der Luft in einem grösseren e während und nach dem Verbrennen in einem Stuben- (Methode von Marcus Bull). Stöckhardt [3]) untersuchte dieser Methode die Zwickauer Steinkohlen, indem er je nd davon in einem gut ziehenden eisernen Ofen unter chst gleichen Umständen verbrannte und dabei von Viertel- ertelstunde die Temperaturerhöhung des Zimmers 4 Stunden an verschiedenen Thermometern bemerkte. Die Summe erhaltenen Grade würde dann den absoluten Wärmeeffect rücken;

. die Bestandtheile des Brennstoffs werden durch eine Ele- aranalyse [4]) und das Heizvermögen nach der Quantität des rstoffs ermittelt, welche der Kohlenstoff und der Wasserstoff

---

Mittheilungen des Gewerbe-Vereins für das Königreich Hannover 1835, 5te Lief., p. 311; 1853, p. 213, 277.

Brix, Untersuchung über die Heizkraft der wichtigeren Brennstoffe des Preuss. Staates. Berlin 1853. — Dingl. CXXXI., p. 64. — Berg-, u. hüttenm. Ztg. 1854, p. 5.

Programm der Gewerb- und Baugewerken-Schule zu Chemnitz 1839, p. 23. — Frankfurter Gewerbefreund, p. 65.

Knapp, chem. Techn. I., p. 57. — Erdm., J. f. Ch. ILI., p. 10, 27; ILII, p. 376; LIII., p. 425.

des Brennmaterials bedürfen, um vollständig zu Kohle
und Wasserstoff zu verbrennen, indem die Menge der entwi
Wärme dem verzehrten Sauerstoff proportional ist. Die
sich aus Nachstehendem herleiten: 1 Gewichtstheil Sauers
darf, stöchiometrischer Berechnung zufolge, zur Umwand
Wasser 3mal soviel Sauerstoff, als 1 Gewichtstheil Koh
zur Umwandlung in Kohlensäure. Da nun nach der sul
geführten Berechnung die absoluten Wärmeeffecte des V
stoffs und Kohlenstoffs in dem Verhältnis von 3 : 1 steh
verhalten sich auch die absoluten Wärmeeffecte der le
wie die zur vollständigen Verbrennung erforderlichen
stoffmengen. Da die sämmtlichen Brennstoffe Kohlenst
Wasserstoff enthalten, so hat man dieses sogenannte Welt
Gesetz auch auf dieselben ausgedehnt.

Dasselbe hat durch neuere Ermittelungen [1]) der ab
Wärmeeffecte des Kohlenstoffs und Wasserstoffs zu resp
und 36000 = 1 : 4,5 einen Umsturz erlitten und fallen
nach ermittelten absoluten Wärmeeffecte zu niedrig aus, w
jedoch nicht allzu sehr von der Erfahrung ab.

Beispiel. Eichenholz besteht aus

0,4943 Kohlenstoff,	welche aufnehmen	$0{,}4943 \cdot 2{,}666 = 1{,}3$
0,0607 Wasserstoff,	„ „	$0{,}0607 \cdot 8 = 0{,}4$
0,4450 Sauerstoff.		zusammen = 1,
1,0000.	Davon ab Sauerstoffgehalt des Holzes	= 0,
		bleibt = 1,

zuzuführender Sauerstoff.

Die Bestimmung des Stickstoffgehaltes eines Bren
(Steinkohle) ist ohne praktischen Nutzen, da er in
ringer Menge ($\frac{1}{2}$—1 Procent) vorhanden zu sein pflegt,
seinen technischen Werth einen Einfluss auszuüben;

Berthier's Verfahren.

f. die Bleimengen, welche durch kleine abgewogene
titäten Brennmaterial beim Schmelzen derselben mit Bl

[1]) Scheerer's Metallurgie I., p. 380, 383.

Thontiegel aus letzterer reduciert werden (Methode von Berthier [1]) und nachher von mehreren Metallurgen [2]) angewendet).

Diese Methode eignet sich vorzugsweise zur Anwendung für den Probierer und liefert bei einiger Übung und Aufmerksamkeit Resultate, welche die Praxis benutzen kann.

Berthier geht bei diesen Proben von dem Welterschen Gesetze (p. 518) aus, dass die Wärmemengen, welche die verschiedenen Brennmaterialien beim Verbrennen zu entwickeln vermögen, unter sich genau in demselben Verhältnisse wie die Sauerstoffmengen stehen, welche die Brennmaterialien beim Verbrennen absorbieren. Da das Bleioxyd die festen brennbaren Körper, welche im Grossen zur Wärmeerzeugung angewendet werden, vollständig verbrennt (Ausnahmen sind einige sehr bituminöse, einen grossen Antheil flüchtiger Stoffe enthaltende Substanzen, Erdpech, Harz von Fichten &c., welche sich in geringer Menge der Einwirkung der Glätte entziehen könnten, indem sie sich vor der Reduction verflüchtigen), wenn es mit ihnen passend erhitzt wird, ohne dass aber der Grundstoffe der Brennmaterialien sich der Einwirkung des Sauerstoffs entziehen kann, so gibt ein Schmelzen derselben mit Bleioxyd ein Mittel ihre Brennkraft zu bestimmen, da das reducierte Blei dem zur Verbrennung erforderlichen Sauerstoffe, also der Brennkraft, proportional ist. Durch das Bleioxyd wird der Kohlenstoff zu Kohlensäure und der Wasserstoff zu Wasser verbrannt. Das Brennmatierial wird daher soviel Sauerstoff aus der Glätte aufnehmen, dass mit diesem aufgenommenen Sauerstoffe und mit dem bereits im Brennmateriale enthaltenen Sauerstoffe die vollständige Verbrennung geschehen kann.

Da, wie vorhin angeführt worden, das Weltersche Gesetz keine volle Gültigkeit mehr hat, so sind auch die nach dem Berthierschen Verfahren erhaltenen Resultate nicht absolut richtig. Dieselben bleiben, praktischen Erfahrungen und theo-

---

[1]) Annales de chimie et physique, Juill. 1835, pag. 225, oder Berthier, traité des essais par la voie sèche I. 228, oder die Übersetzung von Kersten, Bd. I., p. 207.

[2]) z. B. Winkler in Erdm. Journ., Bd. XVII., pag. 65.

retischen Berechnungen zufolge, vermöge eines constanten I
um ungefähr $^1/_9$ hinter der Wahrheit zurück, was jedoch
meisten Fällen nichts schadet, da die erhaltenen Zahlen ni
absoluten, sondern nur den relativen Heizwerth im Ve
zu einem andern Brennstoffe angeben. In der Praxis e
diese Zahlen mannigfaltige Modificationen, welche theils v
Quantität der flüchtigen Bestandtheile, theils von natü
Wassergehalt des Brennstoffs, theils aber auch von der Cons
des Feuerraums, der Schnelligkeit des Luftzuges &c. al
sind. Da indes diese Einflüsse auf jedes Brennmaterial
störend oder begünstigend einwirken, so können auch die
der erhaltenen Zahlen von den wirklichen Ergebnissen de
nicht sehr abweichen, was v. Hauer [1]) bei der Unters
Österr. Steinkohlen bestätigt fand.

Bleioxyd ist zu dem angegebenen Zwecke mehreren
Körpern, z. B. dem Kupferoxyde vorzuziehen, weil sowo
oxyd als Blei leicht schmelzbar sind und deshalb letzteres
vollständig gesammelt werden kann. Die Flüchtigkeit de
könnte jedoch bei nicht aufmerksamer Behandlung Irrun
anlassen und man muss deshalb bei allen Proben gen
selben, nicht zu hohen Feuergrad anwenden, nemlich st
nur ganz allmählig steigende Rothgluth, damit die Glät
früher vollständig zum Schmelzen kömmt, bis alle Ko
brannt ist. Zu schnelles Einschmelzen könnte bedeutend
veranlassen, da Theile des specifisch leichteren Brennm
auf die Oberfläche steigen und durch nicht vollkomme
haltene Luft verbrannt werden könnten. Ein Flammen der
deutet auf eine Entwickelung von Kohlenoxydgas, also
unvollständige Verbrennung.

Das Schmelzen geschieht zweckmässiger im Windo
im Muffelofen. Heizt man ersteren von oben an, so st
Hitze langsam von oben nach unten im Schmelzgefäss
Glätte wird von oben herab flüssig. Man schmilzt bei a
gesteigerter Hitze etwa 1 Stunde.

Da reinste Holzkohle mit reiner Glätte das 34fach

[1]) Österr. Zeitschr. 1853, p. 34; 1856, p. 249.

wichts metallisches Blei gibt, so hat man hiernach und nach r Beschaffenheit des Brennmaterials die Glättemenge für den rsuch zu beurtheilen. Einen Theil des sehr genau abgewogenen ennmaterials vermenge man mit wenigstens 20 bis höchstens Theilen Bleiglätte, bedecke das Gemenge darauf noch im egel mit einer Glättelage von 20—30 Gewichtstheilen und gebe ie etwa 2 Linien dicke Decke von metallfreiem Glaspulver. rthier schreibt vor, 1 Gramm des Brennmaterials zu jeder obe zu verwenden. In Ermangelung eines Grammengewichts rd man daher je nach dem Volum des Brennmaterials und r Grösse des vorhandenen Tiegels 20—30 Probierpfunde als ewichtseinheit zum Abwiegen des Brennmaterials nehmen nnen.

Das Einwiegen muss auf einer empfindlichen Waage geschehen, da ein hierbei begangener Irrthum sich beim Ausiegen des Bleikönigs um etwa das 30fache vergrössert zeigt.

Es ist wesentlich nöthig, dass die Thontiegel oder Tuten Taf. III. Fig. 66 a, 67), in denen die Schmelzung vorgenommen erden soll, kaum bis zu $^1/_2$ ihres Inhalts in Summa angefüllt nd, weil sonst Verlust durch das Aufsteigen der Masse zu bechten ist. Die Tiegel werden mit einem Deckel, der jedoch icht ganz luftdicht schliessen darf, versehen. Ausserdem ist zum elingen der Proben noch erforderlich, dass eine recht gleichrmige, feine, gesiebte Glätte, die völlig frei von allen Bleikörnhen ist, angewendet wird. Auch ist anzurathen, sich bei den edesmal vergleichungsweise zu untersuchenden Brennstoffen derelben Glättesorte zu bedienen.

Ganz besonders aber muss das Brennmaterial höchst fein ertheilt sein und als feines Mehl, feinste Säge-, Raspel- oder Feilspähne &c. höchst innig mit der Glätte vermengt und zuammengerieben werden. Das Überdecken des Gemenges mit Glätte muss ganz gleichmässig geschehen, damit besonders an den Rändern nichts unbedeckt bleibt, und man muss die Tiegel oder Tuten nach dem Einfüllen vor jedem starken Stosse, einem chiefhalten beim Einsetzen in den Ofen &c. hüten, damit nicht ieder Theile des Gemenges entblösst werden.

Der Tiegel wird nach erfolgtem Schmelzen noch kurze Zeit

in dieser Temperatur erhalten, dann aus dem Ofen genommen und langsam erkalten lassen.

Das Abbürsten der so gewonnenen Bleikönige muss schon vor einem etwaigen Aushämmern derselben geschehen, um sie nicht mit Glätte zu verunreinigen; auch müssen Blei und Glätte so flüssig gewesen sein, dass sie sich ganz vollständig im Tiegel getrennt haben. Proben, bei denen die erhaltenen Bleikönige durch eingemengte Glätte beim Zusammenschlagen mit dem Hammer zerblättern, sind als misrathen zu verwerfen.

Forchhammer's Modification.

Zur Beschleunigung der Operation und zur besseren Ansammlung des Bleies empfiehlt Forchhammer [1]) u. A., anstatt des reinen Bleioxydes eine Mischung von 3 Gewichtstheilen Silberglätte und 1 Gewichtstheil Chlorblei (basisches Chlorblei, Bleioxychlorid). Zur Bereitung des letzteren wird 1 Pfund reine Silberglätte mit 1 Pfund Salzsäure von 1,16 specif. Gewicht zur Trockne gedampft, oder eine Auflösung von 1 Theil Bleizucker in 3 Theilen Wasser mit einer gesättigten Kochsalzlösung vermischt, bis sich kein Niederschlag mehr bildet. Das Chlorblei wird mit Wasser, welches vorher mit Salzsäure angesäuert worden, ausgewaschen, bis die Flüssigkeit nicht mehr nach Essigsäure riecht, dann getrocknet. Man mengt entweder das Chlorblei mit der Glätte oder schmilzt beide vorher besser in einem Porzellantiegel oder einem dichten Hessischen Tiegel zusammen, wobei man den Tiegel vom Feuer nimmt, sobald das basische Chlorblei geschmolzen ist. Die geschmolzene Masse wird pulverisiert und zum Gebrauche aufbewahrt. Man mengt 20 Probierpfund des fein zertheilten Brennmaterials mit dem 20—40fachen der Mischung in einem Porzellantiegel, bedeckt das Gemenge mit ebenso viel Bleioxychlorid, setzt den mit einem gut schliessenden Deckel versehenen Porzellantiegel in einen Hess. Tiegel, dessen Boden mit Sand bedeckt ist, und erhitzt rasch, bis das Gemenge ruhig schmilzt und das Chlorblei anfängt zu verdampfen, zu welcher Operation ungefähr 10 Minuten erforderlich sind. Dann wird verfahren, wie bei der anderen Schmelzmethode. Die Schmelzung lässt sich auch in einem dichten Thontiegel vor-

[1]) Bergwfr. XI., p. 30.

ehmen, es ist dabei jedoch die Gefahr des Durchgehens eher orhanden.

Die Probe muss 2—4fach gemacht werden und ist nur dann ls gerathen anzusehen, wenn unter sich nur wenig abweichende Resultate erhalten sind. Man nimmt alsdann das arithmetische Mittel. Die durch einen Theil der Brennmaterialien reducierten Bleimengen geben unmittelbar die Zahlen, nach welchen der absolute Wärmeeffect der verschiedenen Brennmaterialien mit einander verglichen werden kann.

Reduction der Bleimengen auf Wärmeeinheiten.

Was unter Wärmeeinheit verstanden wird, ist bereits p. 517) angegeben. Despretz bestimmte durch directe Versuche, ass ein Theil (1 Kilogramm) reinste Kohle das 7815fache [1]) ires Gewichts Wasser um 1° C. erhitzen könne; da 1 Theil ine Kohle 34 Theile Blei erzeugt, so ist jeder durch ein Brennaterial erzeugte Theil Blei $\frac{7815}{34} = 230$ Wärmeeinheiten eich.

Bei der Untersuchung von Österr. Steinkohlen hat man das quivalent derselben für eine 30zöllige Wiener Klafter weichen olzes (zu 18,33 Wiener Centner mit 52497 Wärmeeinheiten) bechnet, wobei auf den gefundenen Gehalt an hygroskopischem Vasser Rücksicht genommen worden [2]).

Correction wegen eines Wassergehaltes.

Nachdem man die Brennkraft der zu untersuchenden Brennaterialien auf diese Art bestimmt hat, muss noch eine Correction egen des gefundenen adhärierenden Wassergehalts Feuchtigkeitsgehalts) bei allen Brennmaterialien gemacht werden. ei den dokimastischen Proben wird nämlich das adhärierende Vasser durch die Ofenhitze ausgetrieben, ehe der Brennstoff eine eduction der Bleiglätte bewirken kann. Bei der wirklichen chnischen und hüttenmännischen Anwendung des Brennaterials muss jedoch ein mehr oder weniger kleiner Theil der rennkraft als zur Verdampfung dieses Wassergehalts consumiert trachtet werden. Da 1 Theil reine Kohle 11,8 Theile ihres

[1]) Peclet rechnet für die Holzkohlen, indem er auf ihren Aschengehalt Rücksicht nimmt, nur 7300 Wärmeeinheiten; nach den neueren Untersuchungen von Dulong 8000, nach Grassi 7714, nach Favre und Silbermann 8086.

[2]) Oesterr. Zeitschr. 1853, p. 34.

Gewichts Wasser verdampfen kann, so hat man, wenn A die in einem Theile des Brennmaterials enthaltene Feuchtigkeit bezeichnet, von der durch den Versuch gefundenen Bleimenge, welche 1 Theil des feuchten Brennmaterials reduciert, $\frac{A \cdot 28}{11,6}$ Theile Blei abzuziehen, um das Resultat der ganzen Untersuchung richtiger für die Technik zu stellen.

Dass durch die Feuchtigkeit der Brennmaterialien aus dem Pflanzenreiche, des Torfs und der Torfkohle ausserdem noch die Dauer der Verbrennung verlängert und dadurch die Intensität der Hitze (die Heizkraft) geschwächt wird, ist für die technische Anwendung sehr wichtig, kann aber nicht gut einer Berechnung unterworfen werden. Für Steinkohlen, und in gewisser Masse auch für Cokes, hat man hin und wieder Feuchtigkeit oder zugeleitete Wasserdämpfe vortheilhaft wirken sehen.

Correction wegen eines Schwefelkiesgehaltes.

Ist in dem Brennmaterial (Steinkohle, Braunkohle), Schwefelkies, FeS^2, vorhanden, so werden dessen Bestandtheile unter Bildung von schwefliger Säure und Eisenoxydul von der Glätte oxydiert und dadurch Blei reduciert, dessen Menge von der ganzen Bleimenge abzuziehen ist. Die Ermittelung des Schwefelkiesgehaltes geschieht auf die Weise, dass man nach später anzugebenden Methoden den Schwefelgehalt bestimmt und diesen auf Schwefelkies berechnet. 1 Theil Schwefelkies reduciert 8,72 Gewichtstheile Blei.

In den Cokes ist der Schwefelgehalt wahrscheinlich als Einfach-Schwefeleisen, FeS, vorhanden. 1 Theil davon reduciert 7,18 Theile metallisches Blei.

Zuweilen enthalten Steinkohlen auch geringe Mengen Bleiglanz, Blende, Zinnober &c., durch welche die Glätte ebenfalls reduciert und das Resultat der Probe mehr oder weniger unsicher wird.

Wärmeverlust durch Verkohlung.

Wird ein rohes Brennmaterial verkohlt, so geht beim Verkohlungsprocess in verschlossenen Gefässen durch die entweichenden flüchtigen Substanzen ein mehr oder weniger grosser Theil seiner Brennkraft verloren und die aus 1 Theil rohem Brennmaterial gewonnene Kohlenmenge wird nicht mehr dieselbe Bleimenge aus der Glätte reducieren können, als das rohe Brenn-

terial gethan haben würde. Das vom rohen Brennmaterial sagte gilt auch von gedarrtem, gebräuntem und von jedem ch unvollständig verkohlten Brennmateriale.

Berthier gibt zur Bestimmung dieser durch die Verkohng verloren gehenden Wärmemengen, nach Äquivalenten von ohle ausgedrückt, folgende Regel:

Bezeichnet man die Kohlenmenge, welche ein Brennmaterial ei der Destillation (Verkohlung) zurücklässt, nachdem man zuor das Gewicht der in ihr befindlichen, durch einen besondern ersuch zu bestimmenden Asche abgezogen hat, durch C, nennt as Gewicht der bei der Destillation entweichenden flüchtigen ubstanzen V und das Gewicht des aus der Bleiglätte durch as rohe Brennmaterial erzeugten Bleies P, so würde die ohle C nothwendig $34 \cdot C$ Blei und die flüchtigen Substanzen V ur $P - 34 \cdot C$ Blei erzeugen. Die Brennkraft der flüchtigen heile muss demnach $\frac{C - 34 \cdot C}{34}$ Kohle äquivalent sein. Hieraus olgt, dass die Wärmemengen, welche aus der Kohle entwickelt erden, die flüchtigen Substanzen und das unveränderte Brennaterial sich hinsichtlich der Quantität Blei, welche durch sie educiert werden, wie die Zahlen $34 \cdot C$, $P - 34 \cdot C$ und P veralten, oder in Bezug auf die Kohlenmengen, durch welche die rennkraft vorgestellt werden kann, wie die Zahlen C, $\frac{P - 34 \cdot C}{34}$ nd $\frac{P}{34}$.

Gegen diese Regel von Berthier zur Bestimmung der Wirkung der bei der Destillation entweichenden flüchtigen Körper ässt sich jedoch mit Recht einwenden, dass C nicht immer contant ist, sondern je nach der Temperatur, welche bei der Verohlung angewandt wird, verschieden ausfällt.

§. 130. Bestimmung des specifischen Wärmeeffectes.

Der specifische Wärmeeffect, d. h. die aus einem bestimmten Volumen Brennmaterial darstellbare Wärmemenge, ergibt sich durch Multiplication des absoluten Wärmeeffectes mit dem pecif. Gewichte des betreffenden Brennstoffes und drückt demach ebenfalls nur eine relative und keine absolute Grösse aus. Begriff.

§. 131. Bestimmung des pyrometrischen Wärmeeffectes (Heizkraft).

Allgemeines. Man versteht unter pyrometrischem Wärmeeffect den Grad der Temperatur, welchen ein Brennstoff bei vollständiger Verbrennung hervorzubringen im Stande ist. Derselbe hängt ausser von der Zusammensetzung des Brennstoffes von der Zeitdauer ab, in welcher derselbe verbrennt, und letztere wiederum von der Lockerheit und Entzündbarkeit des Brennmaterials. Während der absolute Wärmeeffect des Wasserstoffs grösser ist, als der des Kohlenstoffs (p. 517), so ist dieses Verhältnis in Betreff des pyrometrischen Wärmeeffectes das umgekehrte. Zu Kohlensäure in der Luft verbrennender Kohlenstoff gibt 2558° C., wenn zu Kohlenoxydgas 1310° C., Wasserstoff 2080° C. Hieraus ergibt sich, dass kohlenstoffreichere Brennmaterialien (die verkohlten, Anthracit, Steinkohlen) einen grösseren pyrometrischen Wärmeeffect geben, als die wasserstoffreicheren (Braunkohlen, Torf, Holz). Von wesentlichem Einflusse darauf ist noch die grössere oder geringere Dichtigkeit des Brennstoffs, wie aus Nachstehendem hervorgeht:

Bei der ersten Einwirkung der atmosphärischen Luft auf den Kohlenstoff des Brennmaterials bildet sich Kohlensäure; die Temperatur, welche durch die Verbrennung von Kohlenstoff in atmosphärischer Luft zu Kohlensäure erzeugt wird, kann eine bestimmte Höhe (Temperaturgrad) nie überschreiten, wie schnell auch die Verbrennung geschehen mag und eine wie grosse Kohlenmenge auch gleichzeitig verbrannt wird, weil diese Temperatur durch die Natur des Kohlenstoffs, der atmosphärischen Luft und der Kohlensäure unabänderlich bedingt ist. Die bei der Verbrennung erzeugte Kohlensäure wird nun durch glühende Kohlen in Kohlenoxydgas umgeändert und bei dieser Umänderung wird wieder ein Theil der im ersten Augenblick entstandenen Wärme gebunden oder latent gemacht. Diese Umänderung bereits gebildeter Kohlensäure geschieht um so leichter und v
ständiger, je lockerer und leichter entzündlich da
ist, und da hierbei eine um so gr
wird, je mehr Kohlenoxydgas sich bil

ennmaterials um so geringer ausfallen, je lockerer und leichter zündlich dasselbe ist. Dieses wird durch bekannte Erfahrungen lig bestätigt und Jedermann weiss z. B., dass sich durch kes eine höhere Temperatur erzeugen lässt, als durch Holz-hlen.

Zur Bestimmung des pyrometrischen Wärmeeffectes sind verschiedene Methoden [1]) in Anwendung, von denen sich nachstehende wegen ihrer Einfachheit und Bequemlichkeit empfehlen: Methoden.

1. Die Schmelzbarkeit von Metallen, Metall-Legierungen &c. t bekannten Schmelzpuncten dient als Massstab zur Bestimmung der Hitze. Man stellt sich von verschiedenen Metallen mit nau bekannten Schmelzpuncten Legierungen her, deren hmelzpuncte sich nach der folgenden Formel berechnen lassen: = As + Bs', worin x die gesuchte Schmelztemperatur der gierung bezeichnet, welche in 1 Theil A Theile eines bei s Grad d B Theile eines bei s' Grad schmelzenden Metalles enthält. an bringt nun kleine, gleich schwere Mengen solcher Legierungen auf einer Thonplatte an die erhitzte Stelle und schliesst s dem Schmelzen oder Nichtschmelzen der Legierungen auf e daselbst herrschende Temperatur.

2. Man taucht ein Metall von bestimmtem Gewichte P und r specif. Wärme s in Wasser von t' Grad, ermittelt die Temratur t des bestimmten Gewichtes Q des Wassers nach dem ntauchen, und findet dann die zu suchende Temperatur x nach r Formel:

$$x = \frac{Q \cdot t'}{P + s} + t$$

. 132. Bestimmung der aus einem rohen Brennmaterialе darstellbaren Kohlenmenge und Untersuchung der Beschaffenheit der gewonnenen Kohle.

ie Bestimmung der Kohlenmenge geschieht stets durch Verfahren. 1—3 Probiercentner Brennstoff in kleinen Stücken

[1]) he Hüttenkunde I, p. 82.

in einem so verschlossenen Gefässe (Taf. III. Fig. 67, 68), dass nur den entstehenden flüchtigen Producten ein Ausgang bleibt. Dieses Glühen oder diese Destillation im Muffel- oder Windofen wird bei sehr langsam steigender Temperatur so lange fortgesetzt, bis sich bei anhaltender Rothgluth keine flüchtigen Stoffe mehr entwickeln, was man an dem Verschwinden der Flamme gewahrt. Man lässt alsdann das Gefäss bei Luftabschluss erkalten, ehe man wiegt.

Die Brennmaterialien pflegen im Allgemeinen desto leichter entzündlich zu sein, je weniger Kohle sie bei der Destillation liefern. Schnelle Hitze und augenblicklich auflodernde, aber dann auch schnell erlöschende Flamme lässt sich nur durch ein an Kohlenstoff nicht reiches Brennmaterial erreichen, in dessen Zusammensetzung dann der leichter entzündliche Wasserstoff in einem grösseren Verhältnisse vorhanden ist.

Die Entzündlichkeit der aus den Brennmaterialien dargestellten Kohle steht in genauem Zusammenhange mit der Entzündlichkeit dieser Brennmaterialien selbst; je leichter entzündbar das Brennmaterial war, desto leichter entzündbar pflegt auch die aus ihm dargestellte Kohle zu sein.

Da bei der Verkohlung keine Asche liefernden Bestandtheile entweichen, so ist ein gleiches Gewicht Kohle stets und zwar ganz verhältnismässig reicher an Asche, als ein gleiches Gewicht des rohen Brennmaterials, aus dem sie erzeugt wurde.

Wie bereits angeführt, übt die bei der Verkohlung angewandte Temperatur einen wesentlichen Einfluss auf die quantitativen Verhältnisse der dabei erzeugten Producte aus. Die Ausbeute an Kohlen fällt und es steigt der Kohlenstoffgehalt mit der Verkohlungstemperatur, jedoch in keiner regelmässigen Reihe. Selbst bei der Schmelzhitze des Platins dargestellt, ist die zurückbleibende Kohle nicht frei von flüchtigen Substanzen.

Aus Schwefelkies enthaltenden Brennstoffen wird beim Verkohlen ein Theil Schwefel entfernt, allein $\frac{1}{4}$—$\frac{1}{2}$ desselben bleiben immer, gewöhnlich als Einfach-Schwefeleisen, zurück [1].

---

[1]) Erdm., J. d. ökon. u. techn. Chem. V., 240; XII, 288. — Erdm., J. f. pr. Chem. XVII., 417.

Bei der oben angedeuteten Abhängigkeit der Erfolge des erkohlens hauptsächlich von der Temperatur erhält man bei iesen dokimastischen Versuchen keine absoluten, mit dem Aus-ringen im Grossen stimmenden Resultate, indem bei der Aus-führung im Grossen sich Manches anders gestaltet, als bei den ersuchen im Kleinen. Indes gibt das relative Verhalten ver-chiedener Brennmaterialien Fingerzeige für diese oder jene An-wendung.

§ 133. Bestimmung der flüchtigen Bestandtheile.

Allgemeines.

Die Quantität der flüchtigen Bestandtheile hängt theils von er Zusammensetzung des Brennmaterials, theils von dem Grad er Temperatur und der Schnelligkeit ab, mit welcher man das-lbe erhitzt. Bei raschem Erhitzen und einem an Sauerstoff der Wasserstoff reichen Brennstoff erhält man die meisten lchtigen Producte. Die entweichenden flüchtigen Substanzen nd theils tropfbar flüssig (Theer, essigsaures oder ammoniakali-hes Wasser), theils gasförmig (Kohlensäure, Kohlenoxydgas, hlenwasserstoffgas). Je mehr Sauerstoff ein Brennmaterial thält, um so mehr Kohlensäure und Kohlenoxydgas entsteht i gleichzeitiger Bildung von saurem Wasser, je mehr Wasser-off, um so mehr Leuchtgas. Man kann daraus den Grad der nwendbarkeit einer Kohle zur Gasbeleuchtung ersehen. Bei edriger Temperatur erfolgt in letzterem Falle viel Theer und enig Leuchtgas, bei zu hoher Temperatur weniger Theer, aber ehr Gas, welches jedoch durch theilweise Zerlegung in Einfach-hlenwasserstoffgas an Leuchtkraft verloren hat. Zu Anfang er-ält man immer mehr Leuchtgas, gegen Ende mehr Grubengas. ei Anwesenheit von Schwefelungen enthält das Gas Schwefel-asserstoffgas. Die Menge des Wassers beträgt gewöhnlich mehr, s die an Theer. — Man erhitzt in einer Retorte von streng- Verfahren.
üssigem Glase etwa 1—2 Probiercentner von dem bei 100° C. etrockneten Brennmaterial möglichst schnell bis zur Kirschroth-ühhitze und erhält diese Temperatur so lange, als noch eine asentwickelung stattfindet. Die flüchtigen Producte werden zur ondensierung des Wassers und Theers in eine kühl gehaltene

Vorlage geleitet und die Gase in einer pneumatischen Wanne in einer in Cubiczoll &c. eingetheilten Glasröhre aufgefangen und gemessen. Nachdem durch Schütteln des Gases mit Barytwasser und essigsaurem Bleioxyd eine Reinigung von Kohlensäure und Schwefelwasserstoffgas vorgenommen, erhält man die Menge von verbrennlichen und leuchtenden Gasen. Aus den entstandenen Niederschlägen von kohlensaurem Baryt und Schwefelblei lässt sich der Gehalt des Gases an Kohlensäure und Schwefelwasserstoff finden.

§. 134. Bestimmung des Schwefelgehaltes.

Allgemeines. Der Schwefelgehalt eines Brennstoffes kann herrühren von einem Gehalte an Schwefelungen (Schwefelkies in Stein- und Braunkohlen, Einfach-Schwefeleisen in Cokes, seltener Bleiglanz, Blende, Zinnober in Steinkohlen) oder in schwefelsauren Salzen (Gyps in Stein- und Braunkohlen, Schwerspath in Steinkohlen &c.). Da von einem solchen Schwefelgehalte die Anwendbarkeit eines Brennstoffes zu einem bestimmten Zwecke wesentlich mit abhängt, so wird eine Bestimmung desselben oft erforderlich und man kann dazu nachstehende Wege einschlagen:

Verfahren. 1. Es wird von einer richtig genommenen Durchschnittsprobe 1 oder 2 Centner feines Pulver abgewogen und so anhaltend mit chemisch reinem Königswasser digeriert, dass man sämmtlichen Schwefel in Schwefelsäure umgewandelt betrachten darf. Die Lösung wird abfiltriert und der Rückstand vollständig ausgewässert. Die Aussüsswasser werden mit der Lösung vereinigt und mit einer Lösung von Chlorbarium so lange versetzt, bis kein Niederschlag mehr entsteht. Nachdem die stark mit Schwefelsäure angesäuerte Flüssigkeit 24 Stunden erwärmt gestanden hat, wird die gebildete schwefelsaure Baryterde auf einem kleinen ungewogenen Filter gesammelt und mit heissem destillierten Wasser vollständig ausgewässert, sodann getrocknet und mit dem Filter bei einer so allmählig gesteigerten Hitze, dass dieses erst ruhig verkohlt und verbrennt, geglüht und gewogen. Aus dem gefundenen Gewichte wird nach Abrechnung der Filter-

der Schwefelgehalt berechnet. 100 schwefelsaure Baryt- enthalten 13,797 Schwefel.

Bei diesem Verfahren wird der Schwefelgehalt, der in etwa sendem Schwerspath vorhanden ist, nicht mit gefunden, kann bei nicht hinreichend lange fortgesetztem Digerieren Königswasser Schwefel in Substanz ausgeschieden werden, her sich der Bestimmung entzieht. Beides wird durch die ührung des folgenden Verfahrens umgangen.

2. Man mengt 25—50 Probierpfund oder mehr fein zer- es Brennmaterial mit dem 7fachen reinen Salpeter und dem hen Soda, gibt auch wohl zur Verlangsamung der Ver- nung einen Zusatz von dem 10fachen schwefelsäurefreien salz und erhitzt das Gemenge vorsichtig in einem Hess. l oder einer Bleitute, je nach deren Geräumigkeit, so lange, ine vollständige Verbrennung stattgefunden hat, wobei aller efel in Schwefelsäure übergeht und auch die Schwefelsäure Gypses und Schwerspaths an Natron und Kali gebunden . Die geschmolzene Masse wird mit verdünnter Salzsäure ndelt, zur Abscheidung von aus dem Thongefäss etwa auf- mmener Kieselerde zur Trockne gedampft, nach Zufügung einigen Tropfen Salzsäure und Wasser filtriert und aus dem t in der oben angedeuteten Weise durch Chlorbarium efelsaurer Baryt niedergeschlagen.

War in dem Brennstoff nur Schwefelkies vorhanden, so sich der Gehalt daran aus der gefundenen Schwefelmenge hnen. 54,26 Schwefel entsprechen 100 Schwefelkies. War zeitig Gyps vorhanden, so kann man dessen Menge durch ndeln des feingepulverten Brennstoffs mit viel kaltem Wasser ehen und aus der Lösung die Schwefelsäure durch Chlor- m niederschlagen. 100 schwefelsaurer Baryt enthalten 7 Schwefel und in 100 Gyps sind 58,82 Schwefelsäure und chwefel enthalten. Gyps bedarf zu seiner Lösung etwa Theile Wasser; ein Kochsalzzusatz vermehrt die Löslichkeit. Schwerspath kommt seltener vor (vid. pag. 256).

§. 135. Bestimmung des Aschengehaltes.

Allgemeines.

Die Qualität und Quantität der von einem Brennmaterial

erfolgenden Aschenmenge verdient bei seiner Schätzung eine ganz besondere Berücksichtigung, da in manchen Fällen gerade dadurch die Anwendbarkeit des Brennstoffs für manchen Industriezweig bedingt wird.

Verfahren. Zur Bestimmung des Aschengehaltes werden 1—4 Probiercentner rohes Brennmaterial zuvor verkohlt, die Kohle fein gerieben und auf einem Röstscherben (Taf. III. Fig. 61, 62) unter der Muffel so lange geglüht, bis alle brennbaren Theile verbrannt sind und keine Gewichtsänderung mehr eintritt. Bei directem Verbrennen roher Brennmaterialien auf dem Röstscherben fällt der Aschengehalt zu gering aus, indem durch den Luftstrom Flugasche fortgeführt wird. Die grössere oder geringere Feuerbeständigkeit der Asche lässt sich durch einen einfachen, bis möglichst zum Schmelzen gesteigerten Glühversuch ermitteln.

Die Qualität der Asche, je nach der Art des Brennmaterials verschieden, kann nur durch eine chemische Analyse [1]) ermittelt werden. Meistens interessiert den Metallurgen nur der Schwefel- und Phosphorgehalt. Die Bestimmung des ersteren kann nach den pag. 530 angegebenen Methoden geschehen. Letzteren ermittelt man auf die Weise, dass man 1 Probiercentner und mehr feingeriebene Asche mit dem gleichen oder mehrfachen Gewicht kohlensaurem Kali-Natron (13 Kali- und 10 Natronsalz) schmilzt, die Masse mit Wasser auslaugt, das Filtrat mit Salzsäure zur Trockne dampft, die trockene Masse mit einigen Tropfen Salzsäure befeuchtet, mit heissem Wasser auszieht, die ausgeschiedene Kieselerde abfiltriert, das Filtrat mit Ammoniak übersättigt und dann die Phosphorsäure durch schwefelsaure Magnesia ausfällt. Der entstehende Niederschlag wird nach etwa 12 Stunden abfiltriert, ausgewaschen, getrocknet, geglüht und gewogen. Die geglühte Masse ist 2 MgO, PO^5 mit 63,36 Procent Phosphorsäure.

§. 136. Bestimmung der übrigen Eigenschaften, welche ein Brennmaterial beim Verkohlen und Verbrennen zeigt.

Allgemeines. Hierher gehört die Beobachtung, ob es schwer oder leicht

[1]) Fresenius, quantitative chemische Analyse 1845, pag. 401. — Wöhler, prakt. Üb. i. d. chem. Anal. 1853, pag. 172.

ıtzündbar, ob und mit welchem Geruch es verbrennt, ob sich erbei Flamme zeigt, ob diese lang und intensiv ist, ob sie uss absetzt, ob sie stark oder weniger leuchtet. Ferner, ob er Körper mit ruhiger oder prasselnder und knisternder Flamme rennt; ob die bei rohen Brennmaterialien entstehenden Kohlen nge fortbrennen oder leicht verlöschen; ob die, namentlich bei ineralischem Brennmaterial zurückbleibende Asche schwer oder icht schmelzbar ist und den Rost wenig oder stark verstopft u. dgl. ı diesen Versuchen müssen nothwendig bedeutend grössere uantitäten verwendet werden, als sonst der Probierer zu seinen rbeiten benutzt.

§. 137. Holz und Holzkohle.

Die chemische Zusammensetzung des bei 100° C. etrockneten Holzes ist bei den verschiedenen Arten desselben iemlich gleich gefunden worden, nämlich zu 48,18—52 Kohlenoff, 5,3—6,8 Wasserstoff und 43,5—45,5 Sauerstoff; oder es urde gefunden, dass das trockene Holz aus etwa der Hälfte ohlenstoff und der Hälfte Wasserstoff und Sauerstoff bestehe nd zwar sind die beiden letzten Stoffe ganz annähernd in einem olchen Verhältnisse darin vorhanden, dass bei ihrer Vereinigung Wasser gebildet werden könnte. Payen gibt die Zusammenetzung des wirklichen Holzes zu 54 Kohlenstoff, 39,8 Sauerstoff nd 6,2 Wasserstoff an und die des Zellgewebes — welches in er Pflanze von der Holzsubstanz angefüllt wird — zu 44 Kohlenoff und 56 Sauerstoff und Wasserstoff, und zwar letztere beiden enau in dem Verhältnisse, wie zur Wasserbildung erforderlich in würde. Chem. Zusammensetzung.

Das gewöhnliche, gut lufttrockene Brennholz enthält noch 3—25 Gewichtsprocente hygroskopisches Wasser, welches rst bei der Siedehitze des Wassers oder einer um etwas höheren emperatur ausgetrieben werden kann. Specif. Gewicht 0,387 is 0,770.

Hieraus lässt sich im Allgemeinen ersehen, welche Kohlenoffmenge bei der Verkohlung durch die entweichenden flüchgen Producte mit fortgeführt wird.

Aschengehalt. Um eine richtige Probe zur Aschenbestimmung nehmen, muss man berücksichtigen, dass die verschiede Theile ein und desselben Baumes keine gleichen Aschenmen liefern. Rinde und Blätter geben stets mehr, als die Zwe diese wieder mehr als der Stamm, der Splint weniger das Holz.

Nach Chevandier enthalten junge Stämme durchschnitt 1,23 Procent, Klafterholz 1,34, Äste 1,54 und Reiser 2,27 Pro Asche.

Von 100 Gewichtstheilen der gewöhnlichen Holzsorten v den 0,20—3,0 und mehr Theile Asche erhalten; im Durchsc etwa 1—1,5 Theile.

Die Zusammensetzung dieser Asche muss auf rein ana schem Wege gefunden werden. Man hat ermittelt, dass theils aus im Wasser löslichen, theils aus unlöslichen St besteht. Grösstentheils besteht sie aus kohlensaurer Kalk welche durch das Brennen ganz oder theilweise ihre Koh säure verloren hat, ferner aus kohlensaurem Kali, schwefelsa salzsauren und phosphorsauren Salzen, wenig Eisenoxyd wenig Kieselerde und niemals hat man Thonerde in ihr g den, wenn man die Resultate der Fichtenholzasche de S sure's nicht beachtet, da bei ihnen phosphorsaure Erden für Thonerde genommen sind. (Vergleiche die Anmer pag. 61 [1]).

Absoluter Wärmeeffect. Berthier fand in Bezug auf die Brennkraft der gev lichen, ganz lufttrockenen Holzsorten, dass 1 Theil ders 12,5—14,5 Theile Blei aus der Glätte reducierte; Winkler dass 1 Theil derselben 13,10—14,96 Gewichtstheile Blei cierte. Die Abweichungen wurden durch die verschie Holzsorten bedingt.

Verkohlung. Die vielfältigsten Versuche, Beobachtungen und Erfahr sind gemacht über die aus verschiedenen Holzarten auszubrin

---

[1]) Liebig glaubt, dass die gesammte Menge der alkalischen Ba einer Holzsorte ein constantes chemisches Äquivalent beträgt. (D Chemie in ihrer Anwendung auf Agricultur und Physiologie, 5t pag. 85.)

ausgebrachte Kohle; alle Resultate stimmen jedoch darin rein, dass je nach der angewendeten Verfahrungsart und h der Leitung der Temperatur dabei aus ein und demselben ze sehr verschiedene Mengen Kohle dem Masse und dem vichte nach ausgebracht werden. Bei der Verkohlung in verossenen Gefässen ist das Kohlenausbringen um so grösser, angsamer man mit der Temperatur steigt.

Bei der trockenen Destillation in Retorten geben die gewöhnen und völlig lufttrockenen Holzsorten bei rasch steigender e 12—16,5 und bei langsamer Verkohlung 16—24,7—27,7 Gehtsprocente Kohle.

Das Volum der ausgebrachten Kohle wechselt nach Holzart Verkohlungsmethode zwischen 40—72 und mehr Procenten angewendeten Holzes.

Zusammensetzung der Holzkohlen.

Die Holzkohlen können ausser hygrometrischer Feuchtigkeit eingesogenen Gasarten noch Substanzen enthalten, welche erst dann gasförmig entwickeln, wenn die Kohle bei Abuss der Luft stark geglüht wird. Diese Erscheinung tritt smal ein, wenn die Kohle bei niedriger Temperatur darget wurde, wie dies fast immer der Fall ist.

Man muss daher bei einer genauen dokimastischen Unterung einer vorliegenden Holzkohle, nach vorgängiger Bestimg und Austrocknung der adhärierenden Feuchtigkeit, die e in einer passenden Retorte roth glühen, um einen etwa etenden Gewichtsverlust zu ermitteln.

Nach Violette enthielten beim Schmelzpuncte des Platins estellte Kohlen 96,517 C, 0,623 H, 0,936 O, 1,946 Asche Verlust.

Die hygrometische Feuchtigkeit der Holzkohlen kann 10—20 ent, durchschnittlich 12 Procent betragen, ohne dass dadurch Anwendbarkeit zu den gewöhnlichen hüttenmännischen Pron merklich beeinträchtigt würde. Alle in der Technik anndten Kohlen enthalten, wenn sie nicht sofort nach ihrer tellung benutzt werden, einige Procente Feuchtigkeit. Specif. icht 0,016—0,203.

Aschengehalt.

Die Untersuchung einer Kohle auf den Aschengehalt —3 Procent) kann für den Hüttenmann mitunter noch

deshalb wünschenswerth sein, weil ihm Kohlen vorkommen können, welche in feinen Spalten Sand &c. enthalten und dessen Menge kennen zu lernen ihm nützlich sein kann.

Absoluter Wärmeeffect.

In Bezug auf die Brennkraft der gewöhnlichen Holzkohle fand Berthier, dass 1 Theil derselben 30,6—32,4 Gewichtstheile Blei aus der Glätte reducierte.

Es scheint, als ob bei gleichen absoluten Gewichten die Brennkraft des specifisch leichteren Holzes und der specifisch leichteren Kohle um etwas grösser ist, als die des specifisch schwereren Holzes und der specifisch schwereren Kohle.

Zwischen Holz und Holzkohle liegen die bis zu verschiedenen Graden gedarrten, gebräunten und halbverkohlten Holzsorten, welche mitunter und vorzugsweise in neuerer Zeit beim Eisenhüttenbetriebe benutzt werden. Ihre dokimastische Untersuchung kann nach den bisher bezeichneten Wegen geschehen.

§. 138. Torf und Torfkohle.

Allgemeines.

Während es bei dem Holze und den Holzkohlen wegen der in gewissen Grenzen constanten Beschaffenheit jeder Holz- und Kohlengattung zu den Ausnahmen gezählt werden darf, wenn sich eine dokimastische Untersuchung auf darstellbare Kohle und auf Qualität und Quantität der Asche als nöthig herausstellt, ist dieses bei dem Torf und der Torfkohle gerade der umgekehrte Fall. Eine dokimastische Untersuchung des Torfs auf den Aschengehalt wie auf ausbringbare Kohlenmenge und auf die Beschaffenheit beider ist um so nothwendiger, da sich über beide Puncte nichts Constantes, kaum etwas Allgemeines angeben lässt.

Zusammensetzung des Torfes.

Als Beispiel der Elementarzusammensetzung des Torfs führen wir an, dass solche Mulder, ohne Berücksichtigung des Aschengehalts, in einer Torfsorte fand zu 59,27 Kohlenstoff, 5,41 Wasserstoff und 35,32 Sauerstoff; Regnault fand solche bei einer andern Torfsorte, ebenfalls ohne Rücksicht auf den Aschengehalt zu 61,86 Kohlenstoff; 6,40 Wasserstoff und 31,74 Sauerstoff

erdem enthält der Torf noch bis 2,21 Procent Stickstoff.
f. Gewicht 0,11—1,03 Procent.

Es sind Untersuchungen verschiedener Torfarten bekannt, **Verkohlung.**
lenen der ausgebrachte Kohlengehalt 14—33 Gewichtsprocent
vollkommen lufttrockenen Torfs betragen hat. Die Menge
usgebrachten Kohle ist jedoch keineswegs allein ein Mass-
für die Güte des Torf, da die Kohle alle im Torf befind-
n Aschenbestandtheile enthält.

Die Menge der Asche wurde von 1—30 Gewichtsprocent **Aschengehalt.**
orf und bis 64 Procent in der Torfkohle bei einzelnen ver-
denen Torfarten gefunden.

Ebenso sehr wie die Menge der Asche wechselt die Be-
fenheit derselben, welche durch die Analyse ermittelt werden
. Im Allgemeinen gilt die Bemerkung, dass die Asche keine
nur Spuren alkalischer Salze enthält und gewöhnlich aus
en Bestandtheilen neben Eisen- und Manganoxyd zusammen-
zt ist, auch ausserdem sehr oft Gyps enthält. Häufig ent-
was für Roheisenerzeugung besonders zu beachten ist, die
e auch basisch phosphorsaures Eisenoxyd. Eine der selteneren
engungen des Torfs ist Schwefelkies, doch steigt dieser Ge-
bei einigen wenigen Torfarten so sehr, dass sie als reiche
lerze benutzt werden.

Beträgt die Asche der Torfarten nur 1—3 Procent, so hat
qualitativ dieselben Bestandtheile — die alkalischen Salze
h abgerechnet — wie die Holzasche. Ist der Aschengehalt
r, so hat wohl stets der Boden, auf dem sich der Torf ge-
t hat, letzteren bei seiner Entstehung mehr oder weniger
nreinigt.

Der Feuchtigkeitsgehalt des Torfs kann ausserordent-
verschieden sein, bis 50 Procent, durchschnittlich 25 Procent
uftrocknen Zustande betragen.

Man hat bei einer dokimastischen Untersuchung des Torfs
der Torfkohle, ausser auf die leichte Entzündlichkeit und
r oder weniger schnelle Verbrennung, noch ganz vorzugs-
e auf den Grad der Lockerheit und die übrige physikalische
haffenheit, als Widerstand gegen Druck, Zersprengbarkeit &c.
re Rücksicht zu nehmen, weil hierdurch oft vorzugsweise

der Grad der Anwendbarkeit für bestimmte Zwecke bedingt wird.

Die im Grossen fabricierte Torfkohle hält häufig noch eine grössere Menge Wasserstoff und Sauerstoff zurück, wodurch bei einem nochmaligen Glühen derselben ohne Luftzutritt sich eine grössere Menge von flüchtigen Substanzen entwickelt, als bei der Holzkohle stattzufinden pflegt. Ist dieses in nicht zu hohem Grade der Fall, so kann man dieses nicht geradezu als eine verschlechternde Eigenschaft der Torfkohle ansehen, da sie hierdurch die Eigenschaft erhält, mit Flamme zu brennen, was für einzelne Fälle z. B. zu Verdampfungen &c. ganz vortheilhaft sein kann.

Die Brennkraft der besten Torfkohlen ist etwas geringer, als die guter Holzkohlen; dagegen ist die Brennkraft der Torfsorten, welche nur geringe Aschenmengen zurücklassen, grösser, als die der Holzarten.

Absoluter Wärmeeffect.

Nach Berthier reducierten französische Torfsorten 8—15 Theile, nach Winkler erzgebirgische Sorten 11,9—18,8 Theile und nach Griffith Irländ. Sorten 25—27 Theile, die Oberharzer Sorten 11—18 Theile Blei, Torfkohlen nach Berthier 17,7—25 Theile Blei.

Der Verlust an Brennkraft bei der Verkohlung ist beim Torf geringer, als beim Holze, was sich durch eine Vergleichung der Elementarzusammensetzung beider Körper leicht erklärt. Der Torf vermindert bei der Verkohlung sein Volumen oft mehr als das Holz.

§. 139. Braunkohlen und Braunkohlen-Cokes.

Zusammensetzung.

Die feste organische Masse der Braunkohlen enthält je nach dem Alter derselben (faserige, erdige, muschlige Braunkohle) 60 bis 65 Procent Kohlenstoff, 5 Procent Wasserstoff und 35—20 Procent Sauerstoff.

Das bituminöse und fossile Holz steht seinen Eigenschaften nach zwischen den Holz- und Torfsorten einerseits und den verschiedenen Braun- und Steinkohlen andererseits und wird

sem gemäss dann auch bei einer dokimastischen Untersuchung
andelt.

Der Gehalt an hygroskopischem Wasser kann bei Braun-
len mit 1,15—1,3 specif. Gewicht bis 50 Procent steigen, be-
gt jedoch im lufttrocknen Zustande derselben durchschnittlich
Procent. Der Aschengehalt variiert zwischen 0,5—50 Procent,
rägt bei guten Kohlen nicht über 10 Procent. Die Asche
cht in ihrer Zusammensetzung wenig von der der Stein-
len ab.

Nach Berthier reducieren lufttrockne Braunkohlen 14—26 Absoluter Wärmeeffect.
ile Blei. Zum Vercoken eignen sich dieselben wegen ihrer
hten Zerbröckelung wenig. Bei Versuchen im Kleinen erhielt
n 28—50 Procent Cokes.

§. 140. Steinkohle und Cokes.

Während Holz und Torf sich beim Verkohlen zusammen- Verschiedene Arten Steinkohlen.
hen, blähen sich manche Steinkohlen beim Vercoken auf und
eiden eine angehende Schmelzung; bei einigen Sorten be-
ten die Cokes ohne Änderung des Volums die äussere Ge-
lt der Steinkohlen bei; bei anderen Sorten zeigen die ge-
nnenen Cokes zwar die Form der Steinkohlen, aber das Volumen
sich mehr oder weniger verringert. Karsten theilte deshalb
Steinkohlen ein in Backkohlen, Sinter- und Sandkoh-
n und er versteht unter ersteren solche, die, wenn sie als feines
ver zum Vercoken angewendet werden, einen fest zusammen-
backenen Cokes geben, der die innere Form des Verkohlungs-
ässes angenommen hat; bei den Sandkohlen erhält man die
kes als Pulver zurück und bei den Sinterkohlen mehr oder
niger zusammengefrittet.

Auf die technische Anwendbarkeit, namentlich auf die Brauch-
rkeit zur Vercokung, hat diese Eigenschaft der Steinkohlen
en wesentlichen Einfluss und muss sie deshalb bei jeder doki-
stischen Untersuchung bestimmt werden. Es geschieht dieses am
fachsten bei derselben Operation, durch welche man die aus
n Steinkohlen ausbringbare Cokesmenge bestimmt. Das zer-

riebene Steinkohlenpulver wird entweder in eine Retorte, v
jedoch nur zu etwa ⅔ damit angefüllt werden darf oder
in einen gewöhnlichen Kupferprobentiegel gebracht und
von aussen so lange nach und nach bis zur völligen
gluth erhitzt, bis keine Gasentwickelung mehr stattfindet.
man zugleich die entweichenden flüchtigen Producte (Leu
ammoniakalisches Wasser und Theer) untersuchen, so mu
Retorte, mit passenden Vorlagen versehen, angewendet w
Für den rein metallurgischen Zweck genügt es, die bren
entweichenden Gasarten an der Mündung der Retorte od
Kupfertute zu entzünden und dient das Aufhören jeder F
als Kennzeichen für die beendigte Operation.

Man kann zur Controle das Vercoken einmal mit has
grossen Stücken und ein zweites Mal mit ganz fein geri
Pulver vornehmen; dann einmal bei sehr langsam ste
Hitze und ein zweites Mal bei sehr rasch steigender Hitz
rascher Hitze erfolgt zwar ein um einige (höchstens 6)
geringeres Cokesausbringen, aber die backende Eigensch
Steinkohlen wird im Allgemeinen durch rasche Verkohl
höht, so dass eine Steinkohle, welche bei langsamer Verk
sich als Sandkohle zeigt, bei sehr schneller Glühhitze ei
sinterten Cokes gibt.

Man hat also bei den Steinkohlen nicht nur auf die
sondern auch wesentlich auf die Beschaffenheit der darste
Cokes die Untersuchung zu richten.

Es muss in Bezug auf Heizung mit Steinkohlen be
Rücksicht darauf genommen werden, ob die Hitze plötzli
stark sein soll, wie bei den Schmiedekohlen, welche z
vorbringung einer Hitze dienen sollen, bei welcher da
geschmiedet werden kann. Hierzu ist die in eine Sint
übergehende Backkohle sehr geeignet. Will man ein
Flammenfeuer haben, so ist die Backkohle mit dem g
Nutzen anzuwenden. Für Operationen dagegen, zu welch
langsamere, aber anhaltende Hitze erforderlich ist, w
Destillationen, Kesselfeuerungen, Kalköfen &c., die Sint

kohle. De la Beche und Playfair [1]) haben den prakti- Werth verschiedener Steinkohlen für Dampfschiffe ermittelt der Verdampfungskraft (d. h. aus der Menge Dampf, welche bestimmtes Gewicht Brennstoff in einer gegebenen Zeit zu n vermag), aus dem Raum, welchen dieses Gewicht auf Transport im Schiffsraum einnimmt und aus der Abnutzung Transport (Cohäsion).

Die wichtigste Abhandlung über die Elementarzusammen- ung der Brennmaterialien aus dem Mineralreiche hat Regnault fert [2]). Der Anthracit ist die kohlenstoffreichste und die kohle die kohlenstoffärmste Steinkohle. Es schwankt der enstoffgehalt zwischen 69—85 Procent und der Gehalt an oskopischem Wasser zwischen 1—12 Procent. Specif. Gewicht —1,41. Zusammensetzung.

Der darstellbare Cokesgehalt schwankt bei den verschiedenen kohlensorten zwischen 50—90 Procent.

Die Aschenmenge von den Steinkohlen variiert von 0,5 über 20 Procent und ihre jedesmalige Beschaffenheit muss analytischem Wege ermittelt werden. Sie enthält keine oder wenig Alkalien, salzsaure oder phosphorsaure Salze und Jod- indungen, dagegen vorwaltend Thon- und Kieselerde, Eisen- l, etwas Manganoxyd und kohlensaure Kalk- und Bittererde, lich häufig auch Gyps. Zuweilen findet sich in Begleitung Steinkohlen noch Bleiglanz, Blende, Zinnober, Gyps, Schwer- h, Dolomit, Apatit &c., auch gibt Berthier an, dass man noxyd in rothen kleinen Krystallen auf den Kluftflächen des rosiderits in den Engl. Steinkohlenlagern gefunden habe. allen diesen Köpern sind dann Rudera in der Asche ent- Aschengehalt.

---

[1]) Dingl. polyt. Journ. CX., 212, 263; CXIV. 345.

[2]) Annales des mines. III. Serie. T. XII, pag. 161. Regnault theilt hier auch die Resultate der Untersuchungen von Karsten und Richardson als Einleitung für seine Untersuchung mit. (Vergleiche Karstens Archiv für Bergbau und Hüttenwesen XII., p. 3, und Archiv f. miner. geognost. Bergbau und Hüttenkunde XI., p. 379. Erdm. Journ. für prakt. Chemie XI., p. 165 und XIII., p. 73, 143

halten. Ausserdem findet sich ziemlich häufig Schwefelkies in Begleitung von Steinkohlen, besonders auf den Spaltungsflächen derselben, und dieses macht, vorzugsweise für den Eisenhüttenbetrieb, eine besondere Untersuchung nothwendig, bei der man die Menge des in den Steinkohlen auf diese Art enthaltenen Schwefels (nach pag. 530) bestimmen und danach den Gehalt an Schwefelkies berechnen muss.

In der Asche des Anthracits von Budweis [1]) in Böhmen hat man im Centner ¼ Loth Silber und ⅑ Loth Gold gefunden.

Beim Brennen schwefelkieshaltiger Braun- oder Steinkohlen werden nach Stein [2]) durch die entwickelte schweflige Säure und Schwefelsäure Dampfkessel, Eisenwerk &c. angegriffen.

Cokes. Die Cokes bestehen durchschnittlich aus 85—92 Procent Kohlenstoff, 3—5 Procent Asche und 5—10 Procent hygroskopischem Wasser. Der Aschengehalt schwankt zwischen 1—30 Procent, der Gehalt an hygroskopischem Wasser kann bis 20 Procent steigen. Von dem Schwefelgehalt der Cokes war pag. 530 die Rede.

Cokes, welche im Grossen dargestellt sind, hat man bei der dokimastischen Untersuchung nach der Bestimmung des Feuchtigkeitsgehalts noch in verschlossenen Gefässen roth zu glühen, um sich von der Abwesenheit oder Gegenwart und dann der Menge solcher Stoffe, welche sich hierbei gasförmig entwickeln, Rechenschaft zu geben. Die Menge solcher sich noch gasförmig entwickelnden Körper pflegt bei den Cokes am grössten zu sein, welche in Gasbeleuchtungsanstalten oder in Vercokungsapparaten, bei denen man auf Theergewinnung Rücksicht nimmt, gewonnen werden.

Absoluter Wärmeeffect. Die Brennkraft der Steinkohlen übertrifft, vorausgesetzt, dass sie nicht durch einen aussergewöhnlich hohen Aschengehalt verunreinigt sind, die Brennkraft des Holzes.

Die von Berthier und Karsten untersuchten Steinkohlen reducierten das 21,5—31,65fache ihres Gewichts Blei

[1]) Jahrb. der k. k. geolog. Reichsanst. 1854, Nr. 1, p. 225.

[2]) Polyt. Centr. 1855, p. 1284.

der Glätte und Jaquelain fand bei eigentlichen Anthra-
, dass 1 Theil derselben über 33 Theile Blei reducierte.

Die Brennkraft der Cokes ist, vorzugsweise bedingt durch
Aschengehalt derselben, geringer als die der Holzkohlen;
Cokes, die aus Steinkohlen gewonnen wurden, welche 80
90 Procent derselben liefern, haben eine Brennkraft, welche
enigen der Holzkohlen gleichkömmt.

Der Verlust an Brennkraft durch die Verkohlung ist bei den
kohlen geringer, als bei Holz und Torf.

Nachträge.

Proben auf trockenem und auf nassem Wege.

Pag. 2 u. 157. Geben gleich die Probiermethoden auf nassem Wege gewöhnlich genauere Resultate, als die auf trockenem Wege, so werden letztere dennoch in zahlreichen Fällen aus triftigen Gründen angewendet; dieselben sind schnell und in der Regel von gewöhnlichen Arbeitern ausführbar und gewähren den Vortheil, dass man durch sie nicht nur die Menge, sondern auch die physikalischen Eigenschaften des erzielten Productes erfährt. Auch nähert sich das auf trockenem Wege erhaltene Resultat der erzielbaren technischen Ausbeute mehr.

Sehr häufig findet man auf Hüttenwerken und in Probierlaboratorien zur Bestimmung eines Metalles, z. B. des Bleies, nur eine Methode in Anwendung, ohne alle Rücksicht, in welchen Verbindungen dasselbe enthalten ist. Es sollte jedoch nach Umständen jedesmal die zweckmässigste Probiermethode gewählt werden.

Büretten.

Pag. 86. Zur Anfertigung von Büretten hat Alex. Müller in Chemnitz Anleitung gegeben [1]).

---

[1]) Dingl. polyt. Journ., Bd. 136, p. 121.

Genauigkeit der Huss'schen (Österreichischen) Salpeterprobe.

Die von dem Österr. Artilleriehauptmann Huss herrührende Salpeterprobe ist nach Werther [1]) sehr ungenau, während dieselbe F. Toel [2]) vollkommen bewährt gefunden hat. Im metallurgischen Laboratorium zu Clausthal wird dieselbe seit länger mit gutem Erfolge ausgeführt und auf die dabei erhaltenen Resultate der Preis des für die Pulvermühlen anzukaufenden Salpeters basiert. Pag. 107.

Toel empfiehlt bei Ausführung der Probe Nachstehendes zur Berücksichtigung:

1. Von grosser Wichtigkeit ist das richtige Verhältnis zwischen Wasser und Salpeter und dasselbe ist dadurch zu erreichen, dass man den Salpeter (40 Theile) in einem tarierten Becherglase mit eingestelltem Thermometer mit 100 Theilen Wasser übergiesst, im Sandbade bis auf 45 bis 50° R. erwärmt, das während des Lösens verdampfte Wasser ersetzt, dann filtriert und die zuerst durchgelaufene Hälfte der Lösung zur Krystallisationsbestimmung auf die Weise benutzt, dass man sie bis auf 2—3 Grad über den zu erwartenden Krystallisationspunct durch kaltes Wasser abkühlt, dann aber in freier Luft mit dem Rühren erfährt. Das Filtrieren geschieht um nicht durch Staub oder Unreinlichkeiten die Krystallausscheidung zu befördern, und die Verwendung der ersten Hälfte der Lösung, weil bei hohem Procentgehalt des Salpeters sich zuweilen auf dem Filter schon Krystalle bilden.

Das verdampfte Wasser betrug bei einer Lösung von 10 Drachm. Salpeter in 25 Drachmen Wasser gewöhnlich 8—10 Gran, das beim Rühren verdampfende auf die Hälfte, also ungefähr 17½ Drachmen, 2—3 Gran, welche Menge in Beziehung auf das richtige Verhältnis zwischen Lösungsmittel und Salpeter gewiss nicht von Einfluss ist.

2. Das Thermometer muss ganz genau mit dem von Huss

[1]) Erdm. Journ. f. prakt. Chem. LII, 298.

[2]) Ann. d. Chem. u. Pharm., Bd. C, Heft I. pag. 78, October 1856.

gebrauchten stimmen, oder wenn das nicht der Fall ist, so muss man sich durch Versuche mit reinen Salpeterlösungen vergewissern, wie gross der Unterschied ist. Diese Vorsichtsmassregel ist bei Anschaffung eines neuen Thermometers im metallurgischen Laboratorium zu Clausthal stets beobachtet.

3. Die verschiedentsen Salze (Chilisalpeter, Kochsalz, kohlensaures Kali und Natron), bis zu 25 Procent dem Salpeter zugemischt veränderten den Krystallisationspunct nur unbedeutend; ausserdem kommt Rohsalpeter mit 15 Procent Chlorsalzen z. B. sehr selten vor.

Auffindung von Natronsalpeter in Kalisalpeter.

Pag. 112. Toel und Hoyermann [1]) basieren ihre Prüfungsmethode darauf, dass Natronsalpeter, mit kohlensaurem Kali gekocht, Kalisalpeter und kohlensaures Natron gibt. Man bestimmt nach der Hussschen Probe den Gehalt an salpetersaurem Kali in dem Probesalpeter, löst dann eine beliebige Menge, vielleicht 7½ Drachmen desselben, in 25 Drachmen Wasser unter Zusatz von etwa 1 Drachme kohlensaurem Kali, bestimmt den Krystallisationspunct des Gemisches und kocht nun eine halbe Stunde lang, lässt bis auf 50° erkalten, ersetzt das verdampfte Wasser, filtriert und bestimmt wieder den Krystallisationspunct. Ist Natronsalpeter zugegen gewesen, so ist der Krystallisationspunct gestiegen.

Selbst bei Zusatz von 1 Procent Natronsalpeter kann eine Erhöhung des Krystallisationspuncts wahrgenommen werden. Weil die Erhöhung des Krystallisationspunctes nicht im Verhältnis mit dem Zusatz von Natronsalpeter fortschreitet, so ist daraus nicht auf den procentischen Gehalt des zu untersuchenden Salpeters an Natronsalpeter zu schliessen, und lehrt deshalb die Probe nur, ob überhaupt Natronsalpeter zugegen ist.

Bereitung von chemisch reinem Kochsalz.

Pag. 115. Zur Bereitung von chemisch reinem Kochsalz für die Ga

[1]) Ann. d. Chem. u. Pharm., Bd. C., p. 81.

sac'sche Silberprobe (pag. 331) löst man nach Mohr [1]) liches Kochsalz im Wasser, setzt Barytwasser in einigem rschuss hinzu, so dass rothes Lackmuspapier gebläut wird, ert und verdampft beinahe zur Trockne. Den letzten Rest Mutterlauge entfernt man, löst das Salz in möglichst wenig sser auf, filtriert und lässt das Kochsalz in Porzellanschalen einem warmen Orte krystallisieren. Die getrockneten und iebenen Krystalle werden in einer Schale bei sehr starkem er vollständig getrocknet und in gut verschliessbaren Ge- en aufbewahrt.

Durch das Barytwasser werden Schwefelsäure und Magnesia llt und durch das Eindampfen der Überschuss von Baryt und von ihm in Freiheit gesetzte Kalk als kohlensaure Verbin- gen abgeschieden.

Das in der Natur vorkommende Steinsalz pflegt so rein sein, dass man mit keinem Reagens die geringste fremde nischung entdecken kann.

Colorimetrische Proben.

Nach Gladstone's [2]) Versuchen sind alle Verfahren, ntitative Bestimmungen auf die Färbung von Flüssigkeit zu eren, in welchen auch farblose Salze vorhanden sind, erhaft. Pag. 158.

Bleiproben.

rgleichung der verschiedenen Methoden zur do- kimastischen Bestimmung des Bleies in ihrer Anwendung auf verschiedenartige Producte.

Markus [3]) hat nachstehende vergleichende Versuche mit auf den Österr. Hüttenwerken gebräuchlichsten Probier- hoden für Bleierze zu Joachimsthal angestellt: Pag. 167.

Mohr's Titriermethode, 2. Abth. I. Lief, p. 39, 1856.
Liebig's und Kopp's Jahresbericht 1855, p. 270.
Österr. Zeitschr. 1856, Nr. 30, p. 234.

a. Probe mit schwarzem Fluss und Eisen. 1 P
biercentner feingeriebenes, gesiebtes und getrocknetes Probier
(5,7 Gramm = 1 W. Loth) wurde mit 2 Probiercent
schwarzem Fluss, aus 16 Salpeter und 40 Weinstein erzeugt,
60 Pfund Boraxglas in einer Mengkapsel gemengt und in eine Th
tute gethan, auf deren Boden ein Stück starken Eisendra
von 1" Länge und 40 Pfund Gewicht in senkrechter Stell
sich befand. Die mit 2 Centner abgeknistertem Kochsalz
deckte Tute wurde im Steinkohlen-Muffelofen bei geschlosse
Muffelmündung und halbgeöffnetem Luftzuge bei mässi
Temperatur eingeschmolzen, die Temperatur noch 6—7
durch Öffnen der Muffelmündung herabgesetzt und nach ei
weiteren gleichen Zeitraum bei geschlossener Muffel die le
Hitze gegeben. Dabei achtet man sorgfältig auf das Aufhören
leisen Knisterns, welches, nach 7—8 Min. aufhörend, die Bee
gung der Probe anzeigt. Die Dauer der Probe beträgt beil
20 Minuten.

b. Rösten und reducierendes Schmelzen
Eisen. 1 Probiercentner Bleiglanz wurde auf einem Scher
Anfangs bei geringer Temperatur etwa 30 Min. geröstet und
dann der Röstscherben zur Zerstörung der gebildeten schwe
sauren Salze 6—8 Min. lang in den hinteren heissen Theil
Muffel gethan. Das aufgeriebene Röstgut wurde mit 300 Pf
schwarzem Fluss innig gemengt und mit 50 Pfund Borax
in die mit einem Eisenstück von 20 Pfund am Boden verseh
Tute gegeben, mit Kochsalz bedeckt und wie vorhin geschmol

c. Rösten und Schmelzen mit schwarzem Flu
1 Centner geröstetes Erz wurde wie vorhin mit 300 Pf
schwarzem Fluss und 50 Pfund Borax, aber ohne Eisen
schmolzen.

Die erhaltenen Resultate ergaben:

1. dass die Eisenfällungsprobe a bei allen jenen Produc
welche ziemlich reines Schwefelblei enthalten, besonders bei ho
Gehalten in auffallend überwiegendem Grade, den höchsten
halt (bis 96 Procent von dem Gesammtbleigehalte) angibt.

2. Bei unreineren Bleierzen, welche mehr fremde Sch
felungen enthalten, gibt die Probe a ebenfalls den höchs

die Proben b und c einen jedoch nur um wenig Procente geringeren Gehalt an.

3. Sind fremde Schwefelungen in überwiegender Menge vorhanden, so weisen die Methoden b und c einen unbedeutend höheren Gehalt gegen die Probe a nach.

Levol's Schmelzprobe mit Blutlaugensalz und Cyankalium [1]).

Nach Levol ist das Verfahren, Bleiglanz durch Schmelzen mit schwarzem Fluss und Eisen auf seinen Bleigehalt zu probieren, in zweifacher Hinsicht noch mangelhaft. Einmal ist es schwierig, die zur Reduction des Bleierzes erforderliche Eisenmenge genau zu schätzen und ein Mangel oder Überschuss daran gibt entweder zu wenig Blei oder einen eisenhaltigen Regulus; dann ist man genöthigt, damit die Reaction vollständig erfolgt und das Blei sich zu einem Regulus vereinigt, eine sehr hohe Temperatur anzuwenden, bei welcher sich Blei verflüchtigt. Zwar lässt sich der erstere Übelstand durch Anwendung eiserner Tiegel beseitigen, allein diese werden leicht unbrauchbar und bedingen ein Ausgiessen der geschmolzenen Masse, wobei nicht Bleikörner in der Schlacke bleiben. Pag. 177.

Bei Anwendung eines Gemenges von 50 Cyankalium und 100 entwässertem Blutlaugensalz auf 100 Bleiglanz geht der Bleiverlust auf 2—2½ Procent herab, wahrscheinlich in Folge der leichten Schmelzbarkeit des Gemenges und der ausserordentlichen Zertheilung des Eisens im Blutlaugensalz. Bei antimonhaltigen Bleiglanzen ist dieses Verfahren nicht anwendbar, weil das Antimon im Blei abgeschieden wird. Cyankalium allein gibt wegen des grösseren Rückhaltes an Schwefelmetall ein geringeres Bleiausbringen.

Beschickung der Bleiproben zu Schemnitz.

Auf 1 Centner verröstetes Mehl 2 Centner schwarzen Fluss Pag. 183.

---

[1]) Berg- u. hüttenm. Ztg. 1856, Nr. 38, p. 319.

(aus 1¾ Theilen Salpeter und 2 Theilen Weinstein), 6—8 Pfund Borax und eine Kochsalzdecke.

Kupferproben.

Beschickung der Kupferproben zu Schemnitz.

Pag. 198. Auf 1 Centner verröstetes Probemehl 3 Centner schwarzen Fluss, 10—12 Pfund Borax und eine Kochsalzdecke.

Fleitmann's Kupferprobe [1].

Pag. 220. Je nachdem zur Auflösung der kupferhaltigen Substanz Salpetersäure angewandt ist oder nicht, schlägt man folgende Wege ein:

1. Wenn die Lösung frei von Salpetersäure und von hinderlichen Metallen, wie Antimon und Arsen ist, fällt man das Kupfer durch Zink, entfernt das überschüssige Zink durch Digerieren mit verdünnter Schwefelsäure, süsst den Niederschlag gut aus und löst ihn in einer sauren Lösung von Eisenchlorid. Die Auflösung geschieht rasch und liefert das doppelte Äquivalent Eisenoxydul, welches mit übermangansaurem Kali auf bekannte Weise (pag. 274) titriert wird. Die Lösung in Eisenchlorid und die Titrierung mit Chamäleon nimmt kaum so viel Zeit weg, als eine Austrocknung und Wägung des Kupferschwammes.

2. Bei Vorhandensein von Salpetersäure fällt man (Eisen-, Blei-, Wismuthoxyd &c.) durch Ammoniak, filtriert und fällt aus der ammoniakalischen Kupferlösung das Kupfer durch feingeraspeltes oder geschabtes Zink. Die Fällung geht bei einiger Erwärmung rasch von statten und ihre Vollendung gibt sich bei Abwesenheit von Nickel durch das Verschwinden der blauen Farbe zu erkennen. Mit dem Kupfer wird, wie vorhin angegeben, verfahren.

---

[1]) Ann. d. Chem. u. Pharm., Bd. 96, p. 215; Bd. 98, p. 141. — Berg- u. hüttenm. Ztg. 1856, Nr. 39, p. 357. — Mohr's Titriermethode, 1. Abth., p. 363.

Ist Arsen vorhanden, so verwandelt man dasselbe beim
sen durch Zusatz von Salpetersäure, chlorsaurem Kali &c. in
sensäure, versetzt mit Ammoniak im Überschusse, fällt mit
wefelsaurer Magnesia arsensaure Ammoniak-Talkerde aus,
riert und schlägt aus der Lösung, wie pag. 550, das Kupfer
der.

Heine's colorimetrische Kupferprobe.

Um im Blei, welches zur Bleiweissfabrikation verwandt Pag. 233.
rden soll, die geringste noch schädliche Kupfermenge (0,01
cent und weniger) zu finden, muss man bis 30 Probiercentner
s Probiergutes in Salpetersäure lösen, die Lösung mit Schwefel-
re zur Trockne dampfen, die trockene Masse mit schwefel-
rem Wasser ausziehen und dann mit Ammoniak fällen.

Titriermethode mit Cyankalium.

Man bringt nach Mohr [1]) die kupferhaltige Verbindung in Pag. 237.
moniakalische Oxydlösung und setzt so lange eine titrierte
ankaliumlösung hinzu, bis die blaue Färbung, ohne Entstehung
es Niederschlags, verschwindet. Die Cyankaliumlösung titriert
n mittelst metallischen Kupfers so, dass 1 Cubicentim. davon
va 0,01 Gramm Kupfer entspricht.

Dieses Verfahren ist dem Pelouze'schen weit vorzuziehen.

Eisenproben.

Auffindung von Titansäure und Vanadinsäure in Eisensteinen.

Nach Boedecker [2]) wird zur Auffindung von Titansäure Pag. 257.
r feingepulverte Eisenstein mit dem 6—8fachen saurem

---

[1]) Mohr's Titriermethode 2. Abth., I. Lief., p. 91, 1856.
[2]) Verhandlungen des naturhistorischen Vereins der Preuss. Rheinlande und Westphalens. 12. Jahrg., 2. Heft, p. 109, 1856.

schwefelsauren Kali bei mässiger Rothglühhitze in einem Platintiegel geschmolzen, die erkaltete und gepulverte Salzmasse mit kaltem Wasser ausgezogen und die filtrierte Lösung gekocht, wobei gelblichweisse Flocken von eisenhaltiger Titansäure niederfallen, welche der Phosphorsalzperle die pag. 257 angeführte charakteristische Färbung im Reductionsfeuer ertheilt. Um reine Titansäure zu erhalten, glüht man die eisenhaltige Säure in einem Strom von Schwefelwasserstoffgas und zieht dann das gebildete Schwefeleisen mit Salzsäure aus. Auf Platindraht oder auf Kohle mit Phosphorsalz im Reductionsfeuer behandelt, entsteht eine violette Färbung.

Zur Erkennung der Vanadinsäure wird der feingepulverte Eisenstein mit $^1/_4$ seines Gewichtes Salpeter geschmolzen und $^1/_2$ Stunde geglüht, dann mit Wasser ausgekocht, die Lösung eingedampft, um den grössten Theil des salpetrigsauren Kalis auskrystallisieren zu lassen und dann mit Schwefelwasserstoff-Schwefelnatrium einige Zeit gekocht. Dabei scheiden sich Chromoxyd, Thonerde und Kieselsäure aus, während das Vanadin eine braunrothe (bierbraune) Lösung von Schwefelnatrium-Schwefelvanadium erzeugt, aus der braunes Schwefelvanadium durch Zusatz von verdünnter Salzsäure niederfällt. Durch Rösten ist dasselbe leicht in Vanadinsäure zu verwandeln, welche im Borax, wie im Phosphorsalz, als solche leicht erkannt werden kann.

Silberproben.

Beschickungen der Silberproben beim k. k. Haupt-Probieramt zu Schemnitz [1]).

Pag. 296. 1. Beschickung der Silberproben aus Silber- und Bleigeschicken. $^1/_2$ Probiercentner, doppelt eingewogen, wird beschickt a) mit $^1/_2$ Centner Bleiglasfluss, worin 40 Pfund Borax und 10 Pfund Bleiglas nach der Zusammenwage (aus 4 Theilen Bleiglas und 4 Theilen Boraxglas) enthalten sind;

[1]) Oesterr. Zeitschr. 1856, Nr. 34, p. 269.

d b) mit 6 Centner silberfreiem Villacher Blei, wovon 1/3 zu erst auf den Eintränkscherben, darauf 1/2 Centner Erz nebst ass und nach deren Untereinandermischung die anderen 2/3 i zur Bedeckung des Einsatzes kommen.

2. Beschickung der Silberproben aus dürren hwefelarmen Erzen und Schliechen. Wie bei 1., r setzt man noch 6—8 Pfund Borax zu.

3. Beschickung der Silberproben aus schwefelichen Geschicken. Auf 1/2 Probiercentner Probemehl Centner Bleiglasfluss, 6—8 Pfund Borax und 7 Centner Blei.

4. Beschickung der Proben aus Kupfer und hrere Schwefelmetalle führenden Geschicken. 1/2 Centner Mehl 8 Centner Villacher Blei, 1/2 Centner e Villacher Glätte und 8—10 Pfund Borax.

erfahrungsweise zur Vermeidung bedeutender ilberhaltdifferenzen specif. leichter Probemehle.

Auf den Hüttenwerken zu Felsöbánya wird die Ansiede- Pag. 288.
be für güldische Silbererze auf die Weise ausgeführt, dass die Probemehle auf eine Unterlage von granuliertem Villacher in die Einträkteste einwiegt und mit solchem bedeckt in Muffel zum Ansieden bringt. Bei diesem Verfahren hat von rks [1]) wahrgenommen, dass die wesentlichsten Differenzen güldischem Silber sich bei Probemehlen von sehr geringem cif. Gewichte ergeben, was seinen Grund darin hat, dass dieben, bei allmähligem Schmelzen der Bleidecke an die Oberhe steigend, stets in einer rotierenden Bewegung obenauf wimmen und am Rande der Einträkteste einen Kranz von tze bilden, welcher mehr oder weniger rohe Probemehltheiln einschliesst, die beim Ausgiessen des Werkbleies in die ssbuckel auf immer demselben entzogen werden. Dieser elstand wurde dadurch beseitigt, dass man das eingewogene bemehl sorgfältig mit dem granulierten Blei mengte und dann e Bleidecke gab. Dabei wird jedes Bleikörnchen beinahe mit

[1]) Oesterr. Zeitschr. 1856, Nr. 46, p. 362.

[illegible]chen überzogen, welches beim Schmelzen d[illegible] einsaugt und, mit den übrigen Bleikörnchen [illegible] bildend, den Metallgehalt des Probemehls möglichst [illegible] dem Werkblei zuführt.

Das letztere Verfahren ist seit langen Jahren auf den Har[illegible] Silberhütten in Anwendung.

Silberverlust in Rücksicht auf die angewandt[illegible] Bleimenge beim Cupellieren [1]).

Pog. 318. In dem metallurgischen Laboratorium zu London sind [illegible] Hambly Versuche angestellt, welchen Einfluss es auf den [illegible] der Cupellation stattfindenden Silberverlust hat, wenn d[illegible] verschiedene Mengen von Silber mit demselben Mengenverh[illegible] als von Blei angewendet werden und welcher Silberverlust du[illegible] Vergrösserung des Bleizusatzes entsteht.

Angewendetes		Silberverlust
Blei	Silber	auf 1000
Grän	Grän	Theile
250	25	10,67
100	10	10,35
10	1	12,25

Wurden 5 Grän Silber steigend mit 5—175 Grän Blei getrieben, so betrug der Silberverlust auf 1000 Theile 5,5 [illegible] 18,8 Theile.

Gay-Lussac's Silberprobe.

Pog. 330. Es ist bis jetzt noch nicht gelungen, dem Gay-Lussac's[illegible] Verfahren der Silberproben auf nassem Wege, trotz der [illegible] fältigen Anwendung an den verschiedensten Orten, wesentl[illegible] Abänderungen hinzuzufügen.

Mohr [2]) macht dazu nachstehende Bemerkungen:

---

[1]) Bergwrk. Bd. XIX., Nr. 35, p. 550. — Berg- u. hüttenm. Ztg. [illegible] Nr. 43, p. 361.

[2]) Mohr's Titriermethode 2. Abth., I. Lief, p. 36, 1856.

1. Während bei den Titrierproben gewöhnlich eine con-
te Menge der Probe abgewogen und ihr Gehalt durch un-
che Mengen titrierter Flüssigkeit bestimmt wird, so nimmt man
der Silberprobe wechselnde Mengen der Probe, aber gleich-
bende Mengen der titrierten Flüssigkeit.

Eine gewöhnliche Bürette gestattet wegen ihrer Weite kein
scharfes Ablesen und ihre Theilstriche können nicht so ge-
richtig sein, als der eine Strich an der bei der Silberprobe
räuchlichen Pipette.

Die Ausführung der Probe geschieht demnach in der Weise,
s man eine ungefähr 1 Gramm Silber enthaltende Probe-
ge auflöst, 100 Cubiccentim. Normalkochsalzlösung, welche
au 1 Gramm Silber fällen, zusetzt, und dann die Silber-
ung durch die Zehntlösung vollendet. Der Silbergehalt der
be muss durch eine annähernde Probe bestimmt werden.

2. Gay-Lussac empfahl eine starke Kochsalzlösung ein für
mal durch einen Eindampfungsversuch auf ihren Gehalt zu
bieren und nach diesem Resultate die Zusammensetzung der
malkochsalzlösung zu berechnen.

Nach Mohr kann man sich einer vollständig gesättigten
hsalzlösung bedienen, auf welche ein Unterschied in der Tem-
atur so gut wie gar keinen Unterschied im Gehalte macht.
Cubiccentim. einer solchen Lösung enthalten 3,184 Gramm
hsalz. Verdünnt man 17 Cubiccentim. davon mit Wasser zu
iter, so fällen 100 Cubiccentim. gerade 1 Gramm Silber aus.

3. Mohr hat durch Anwendung von Kautschukröhren und
tschhähnen eine Pipettenvorrichtung (c. l. pag. 47) berge-
t, welche sich vor der Gay-Lussac'schen mit silbernen
ren und Hähnen durch Wohlfeilheit auszeichnet. Durch Be-
ichen der Pipettenspitze mit Talg oder Paraffin wird das
y-Lussac'sche Wischzeug entbehrlich.

4. Das Auflösen des Probesilbers geschieht in chlorfreier,
dünnter Salpetersäure von 1,2 specif. Gewichte. Starke Säure
das Silber langsamer auf. Das Glas stellt man an einen
rmen Ort oder in warmes Wasser, wobei man den Glas-
psel entweder abnimmt oder lose aufsetzt.

5. Die Unbequemlichkeit bei der Gay-Lussac'schen Probe,

dass zwischen zwei Versuchen und Beobachtungen bis zum Klarwerden der Flüssigkeit eine Zeit verstreichen muss, und dann, dass bei nicht genügender Klärung das Entstandensein einer Trübung zweifelhaft bleibt, — hat Mohr durch eine Modification des Verfahrens (c. l. pag. 54) zu umgehen gesucht.

Goldproben.

Goldprobe mit dem Sichertroge [1]).

Pag. 345. Erfahrungsmässig gibt diese Probe einen geringeren Goldgehalt an, als man durch die Aufbereitung im Grossen wirklich ausbringt. Demungeachtet gewährt sie ein schnelles und wohlfeiles Mittel, um eine Gangart oder Sand auf Gold zu untersuchen und es lässt sich durch fortgesetzte vergleichende Beobachtungen ein Coefficient ermitteln, durch dessen Anwendung bei gleichartigem Object und Verfahren der wahre Mühlgoldgehalt aus dem Ergebnisse der Sicherprobe mit ziemlicher Sicherheit berechnet werden kann. So ist für die in Böckstein und Rauris verpochten Gänge nach einem 20jährigen Durchschnitt dieser Coefficient zu 1,15 und 1,39 bestimmt. Die Differenz zwischen dem Ergebnisse der Sicherprobe und dem wirklichen Ausbringen hängt übrigens nicht blos von der Beschaffenheit der Gangarten, sondern ebensosehr von der Geschicklichkeit und dem Verfahren der Goldzieher ab. Vor Allem ist jedoch darauf zu sehen, dass durch sorgfältige Verjüngung des zu prüfenden Pochgangvorrathes oder Sandes, oder, wo es sich um Beurtheilung anstehender Gänge handelt, durch geeignete Bohrmehl- oder Verschrämungsproben ein möglichst gleichartiges Material für den Sichertrog, wie für die Aufbereitung hergestellt werde.

Nach Ramdohr und Riehn [2]) wird in der Münze zu

---

[1]) Oesterr. Zeitschr. 1853, p. 288.

[2]) v. Carnall, Preuss. Zeitschr. 1856, Bd. IV., Lief. 2, p. 118.

Francisco die Feuerprobe zur Bestimmung des Goldes in dem goldführenden Quarze Californiens nur sehr angewendet. Meistens genügt es, ein Stück von bekanntewichte in einem Mörser zu pulverisieren, das Pulver in hölzernen oder eisernen Pfanne durch Wasser genügend eichern und dann zu amalgamieren. Das Pulverisieren nicht auf einmal geschehen, sondern der Mörser muss öfters t, der Inhalt durch sehr feine Siebe separiert und die eren Stückchen von Neuem gestampft werden, da goldmähnliche Stückchen beim Waschen zu leicht verloren

lit dem Gegenstande vollkommen vertraute Praktiker pflegen ch richtig den Goldgehalt mit dem Auge zu schätzen, insie eine kleine Quantität pulverisieren und in dem sogen. auswaschen. Dasselbe besteht aus einem nahe der Wurzel chnittenen Stücke eines Ochsenhornes, aus welchem der nach ein trogartiges Stück ausgeschnitten ist.

Beschickungen für Goldsolutionsmehle zu Schemnitz.

ie Goldsolutionsmehle werden entweder wie die Silbererze 552) angesotten oder nach vorausgegangener Röstung mit in Tiegeln geschmolzen, namentlich wenn sie arm sind. eschickt 1½ Loth Civilgewicht geröstetes Mehl mit 7 Loth nsfluss, bestehend aus 28 Pfund Pottasche, 24 Pfund Glätte, und Kolophonium und 8 Loth Kohlenstaub.

Pag. 347 und 348.

Wismuthproben.

estimmung eines Wismuthgehaltes im Blei.

an löst die zu dünnen Blättchen geschlagene Legierung in ersäure und dampft die Lösung mit Schwefelsäure in Porzellanschale oder in einem Digerierglas so weit ab, bis

Pag. 410.

die freie Schwefelsäure zu verdampfen beginnt. Die nach Abkühlung mit Wasser verdünnte Masse wird aufs Filter bracht, das darauf zurückbleibende schwefelsaure Bleioxy ausgesüsst, getrocknet, geglüht, gewogen und aus dem erhal Gewichte das metallische Blei berechnet. Das Filtrat ve man mit überschüssigem Ammoniak, filtriert das kohlen Wismuthoxyd ab, süsst aus, trocknet den Niederschlag, th mit dem Filter in eine Probiertute, schüttet schwarzen oder Pottasche und Mehl darauf und erhitzt die bedeckte etwa ¼ Stunde in der glühenden Muffel, worauf sich m sches Wismuth nach dem Erkalten und Aufschlagen der vorfindet.

Zinkproben.

Zinktitrierproben.

Pag. 419 und 420. Mohr [1]) hat die Titrierproben für Zink von Kieffne Kaliumeisencyanid und von Schaffner mit Schwefelna weniger gut anwendbar befunden, als die Schwarz'sch thode. Bei der Schaffner'schen Probe findet der Übe der Farbe des Eisenoxyds in Schwarz sehr langsam stat bei bedeutendem Zinkgehalte wird der Schwefeleisennieders so durch das Schwefelzink umhüllt, dass das Ende der ration trügerisch wird.

Quantitative Versuche mit Schaffner's Methode, im tallurgischen Laboratorio zu Clausthal angestellt, gute Resultate. Auch soll das Verfahren als Betriebspro Moresnet eingeführt sein.

Für das Schwarz'sche Verfahren werden nachstel Modificationen angegeben. Das mittelst Schwefelammonium gefällte, ausgewaschene Schwefelzink wird nebst Filter in 6—800 Cubiccentim. haltende Flasche, in der sich eine genü

[1]) Mohr's Titriermethode 2. Abth., 1 Lief., p. 70, 1856.

e Eisenchlorid und etwas Schwefelsäure befindet, gethan, lasche mit Glasstöpsel versehen, leise umgeschüttelt, nach r Zeit stärker geschüttelt und dann ½ Stunde stehen ge-n. Dabei muss die Flüssigkeit immer vom überschüssigen chlorid gelb erscheinen. Bei Mangel daran lüftet sich der el unter Entwickelung von Schwefelwasserstoffgas. Beim n der Flasche muss der Geruch nach letzterem ver-unden sein &c.

Anhang.

I. Schmelzbarkeit verschiedener Silic

Zweck von Schmelzproben.

Der Hüttenmann kann häufig sehr gute Aufschlüsse u sentliche Fingerzeige gewinnen, wenn er für einen Schac betrieb bestimmte Beschickungen ganz genau mit denselben und genau in denselben gegenseitigen Gewichtsverhäl wie sie für den grossen Betrieb bestimmt sind, einer S probe im Koblentiegel unterwirft. Die bei diesen Schmelz anzuwendende Hitze muss derjenigen möglichst gleichk welche man beim grossen Betriebe anwendet. Solche S proben sind wesentliche Hülfsmittel, namentlich um eine ge Schlackenbildung aufzufinden, sie können aber ausserde über manche andere Verhältnisse, z. B. in Bezug auf Bl Kupfersteinmenge und Beschaffenheit derselben, welche Metallausscheidungen beim grossen Betriebe zu erwarten ein vorläufiges Anhalten geben.

Derartige Schmelzproben werden häufig vom Eise manne zur Ermittelung zweckmässiger Beschickungen Schachtofenbetrieb vorgenommen; sie geben jedoch auch den Silber-, Blei-, Kupfer- &c. Hüttenbetrieb für Schach schickungen Resultate, welche diejenigen überraschen, solchen Schmelzversuchen nicht bekannt sind.

Sollen diese Schmelzproben allen Nutzen gewähren, durch sie zu erreichen steht, so hat man zu ihrer An

d Ausführung wesentlich zu berücksichtigen, was über die hmelzbarkeit verschiedener Silicate bekannt ist. Es ist im chfolgenden kurz das Nöthigste hierüber zusammengestellt.

Dass es die Kieselerde ist, welche durch Silicatbildung die den und mehrere Metalloxyde schmelzbar macht, ist eine mentlich von Berzelius zur Erkenntnis gebrachte Thatsache.

Die Schmelzpuncte der reinen Erden liegen über dem hmelzpuncte des Platins und sind bis jetzt nicht nach Graden stimmt; vergleichungsweise ergibt sich aus den darüber anstellten Versuchen, dass von ihnen Kalkerde am strengflüsgsten ist, dann Talkerde, Thonerde, Kieselerde und Barytde folgt. **Erden.**

Von den Silicaten der Thonerde **Einfache Silicate.**

	$2Al^2O^3, SiO^3$.	Al^2O^3, SiO^3	$Al^2O^3, 2SiO^3$	$Al^2O^3, 3SiO^3$
	(I)	(II)	(III)	(IV)
selerde	35,7	47,4	64,3	73
onerde	64,3	52,6	35,7	27

dürfen Nr. III. und IV. nach Plattner 2400° [1]), um zu einer rle zusammenzuschmelzen, Nr. I. und II. sind nach Berthier [2])

[1]) Plattner's hier benutzte wichtige Arbeit bildet einen Theil des Werkes: „die Anwendung der erwärmten Gebläseluft &c. von Merbach. Leipzig 1840." P. hat zur Bestimmung der Temperaturen Legierungen angewendet, deren Schmelzpuncte zwischen 230—2534° C. liegen. Zur Berechnung des Schmelzpunctes einer Legierung wurde die noch unerwiesene und nach den neueren Untersuchungen Kopp's sehr unwahrscheinliche Thatsache angenommen, die Legierung schmelze bei einer Temperatur, welche durch die Formel $x = As + Bs'$ gefunden wird, in der x die gesuchte Schmelztemperatur der Legierung bezeichnet, welche A Theile eines bei s Grad schmelzenden und B Theile eines andern bei s' schmelzenden Metalles enthält. Da nun P. ausser der Temperaturberechnung auch die Legierung selbst angegeben hat und den Schmelzpunct des Zinns zu 230°, des Bleis zu 334°, des Silbers zu 1023°, des Goldes zu 1102°, des Kupfers zu 1173° und des Platins zu 2534° ansetzt, so lassen die Berechnungen eine mögliche Correctur zu. In Bezug auf das Nähere muss hier auf das Werk selbst verwiesen werden. Alle Temperaturangaben sind nach der 100theiligen Scale von P. gemacht.

[2]) Berthier, traité des essais par la voie sèche. Paris 1834. T. I., pag. 417 &c. oder die Bearbeitung von Kersten Bd. I., pag. 356 &c.

noch strengflüssiger, als diese; nach Sefström [1]) steht II. in der Schmelzbarkeit mit III. gleich.

Von den Silicaten der Talkerde

	$6MgO,SiO^3$ (I)	$3MgO,SiO^3$ (II)	$3MgO,2SiO^3$ (III)	MgO,SiO^3 (IV)
Kieselerde	27,8	43,5	59,9	70
Talkerde	72,2	56,5	40,1	30

bedarf Nr. III. nach P. 2250° C., Nr. IV. nur 2200, um zu einer in der Hitze klaren Glase zu schmelzen; nach B. und S. dagegen ist III. leichtflüssiger als IV., ferner II. strengflüssiger als III. und IV., was B. auch von Nr. I. angibt. Die Silicate der Talkerde I. und II. sind strengflüssiger als die Thonerdesilicate III. und IV.

Von den Silicaten der Baryterde

	$3BaO,SiO^3$, (I)	$3BaO,2SiO^3$ (II)	BaO,SiO^3 (III)	$BaO,2SiO^3$ (IV)	$BaO,3SiO^3$ (V)	$BaO,4SiO^3$ (VI)
Kieselerde	17,2	29,3	38,4	55,5	65,2	71,5
Baryterde	82,3	70,7	61,6	44,5	34,8	28,5

bedarf, um zu einer in der Hitze klaren Perle geschmolzen zu werden, II. nach P. 2200°, III. dagegen nur 2100°. B. bestätigt dieses im Allgemeinen und gibt noch an, dass IV. und V. nur um wenig strengflüssiger sind; noch mehr ist I., und noch weit mehr ist VI. strengflüssiger.

Nr. I. möchte, wenn nicht leichtflüssiger, doch ebenso leichtflüssig, als die Thonerdesilicate III. und IV. sein.

Von den Silicaten der Kalkerde

	$12CaO,SiO^3$ (I)	$6CaO,SiO^3$ (II)	$4CaO,SiO^3$ (III)	$3CaO,SiO^3$ (IV)	$3CaO,2SiO^3$ (V)	CaO,SiO^3 (VI)	$3CaO,4SiO^3$ (VII)
Kieselerde	11,5	22	29,7	35,8	52,8	62,2	75,6
Kalkerde	88,5	78	70,3	64,2	47,2	37,8	24,4

bedarf, um zu einer in der Hitze und nach dem Erkalten klaren Perle zu schmelzen, V. nach P. 2150° und VI. 2100°. B. hält V. für leichtflüssiger als VI., strengflüssiger als beide alle übrigen, und zwar I., II. und III. für am strengflüssigsten, dann folgt IV. und VII.; letzteres frittet etwas in der Temperatur zusammen, in welcher V. schmilzt.

S. gibt VI. als das leichtschmelzendste an, dem dann V.

[1]) Erdm. Journ. f. techn. u. ökon. Chem. Bd. X., 145 u. Bd. XV., 148.

mlich nahe stehe, weniger leichtschmelzend sei VII. und noch
niger IV.

Nr. I., II., III. und auch IV. sind schwerschmelzender als die
onerdesilicate III. und V.

Aus Obigem geht hervor, dass von den Silicaten der ein-
hen Erden die Bi- und Trisilicate die leichtflüssigsten sind.
e Bi- und Trisilicate der Kalk- und Baryterde sind am leicht-
ssigsten, weniger leichtflüssig sind die der Talkerde und noch
niger die der Thonerde.

Von den gemischten Silicaten der Baryt- und Kalkerde Doppelsilicate.

$3BaO,2SiO^3+5(3CaO,2SiO^3)$	$3BaO,2SiO^3+11(3CaO,2SiO^3)$	$3BaO,4SiO^3+5(3CaO,4SiO^3)$
(I)	(II)	(III)
selerde 45	48,6	63,1
yterde 20	10,0	24,8
erde 35	41,4	12,1

dürfen zu ihrer Bildung und Schmelzung zu einer Perle I. und
nach P. 2100°. B. gibt an, dass II. und III. etwa gleiche
melzbarkeit haben.

Von den gemischten Silicaten der Baryt- und Thonerde
arf

$$3\,BaO,2\,SiO^3+6\,(Al^2O^3,2\,SiO^3)$$

Kieselerde	54
Baryterde	20
Thonerde	26

zur Perle zu schmelzen nach P. 2050°, womit B. im Allge-
nen übereinstimmt.

Von den Silicaten der Kalk- und Bittererde gibt B.

$$3\,CaO,2\,SiO^3+3\,MgO,2\,SiO^3$$

Kieselerde	55,5
Kalkerde	25,8
Talkerde	18,7

das leichtschmelzendste an und P. ermittelte, dass es bei
0° zu einer in der Hitze klaren Glasperle schmolz. B. gibt
h an, dass bei der Temperatur, in welcher dieses Doppel-
at schmilzt, die übrigen von ihm untersuchten Silicate
$3\,CaO,SiO^3+3\,MgO,SiO^3$, (II) $3\,CaO,2\,SiO^3+2(3\,MgO,2\,SiO^3)$,
) $2\,(3\,CaO,2\,SiO^3+3\,MgO,2\,SiO^3$, (IV) $CaO,SiO^3+3\,(MgO,SiO^3)$,
) CaO,SiO^3+MgO,SiO^3, (VI) $2\,(3\,CaO,4\,SiO^3)+3\,MgO,4\,SiO^3$,
I) $3\,CaO,4\,SiO^3+2\,(3\,MgO,SiO^3)$ mehr oder weniger in Fluss

kommen und zwar V am wenigsten, Leichtschme
VI VII IV und noch mehr II, und III.

S. gibt keinen bedeutenden Unterschied unte
[illegible] Silicate $3CaO, 2SiO^3 + 3MgO, 2SiO^3$
[illegible] V an. Die glasigste Schlacke erhielt er vo
[illegible] minder glasig waren die von
[illegible] die von I und V.

[illegible] Silicate [illegible] und K
[illegible] dargestellt und er zieht aus s
[illegible] diejenigen die [illegible]

[illegible]

	I	I
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]

[illegible]

Kiese
Kalke

laren Perle schmelzen und fand für I. 1950°, für

ielt von $3CaO, SiO^3 + 2(Al^2O^3, SiO^3)$, $3CaO, 2SiO^3$ SiO^3) und $3CaO, 2SiO^3 + Al^2O^3, 2SiO^3$ gut geflossene

die Talk- und Thonerdesilicate, von denen B.

$SiO^3 + Al^2O^3, SiO^3$ und $3MgO, SiO^3 + Al^2O^3, 2SiO^3$

(I)	(II)
45,9	63,0
29,3	20,0
24,8	17,0

hat, gibt derselbe an, dass die Talkerde wie die ie strengflüssigsten Thonerdesilicate zum Flusse bringen jedoch weniger, als diese flussbefördernd sei. S· zu einer gut geflossenen Schlacke.

ieselerde gibt mit Schwefelbarium leicht schmelzende Sulphosilicate. rete. Ich erhielt aus

(I)	(II)	(III)
437,4	218,7	145,8
57,7	57,7	57,7, zusammen-

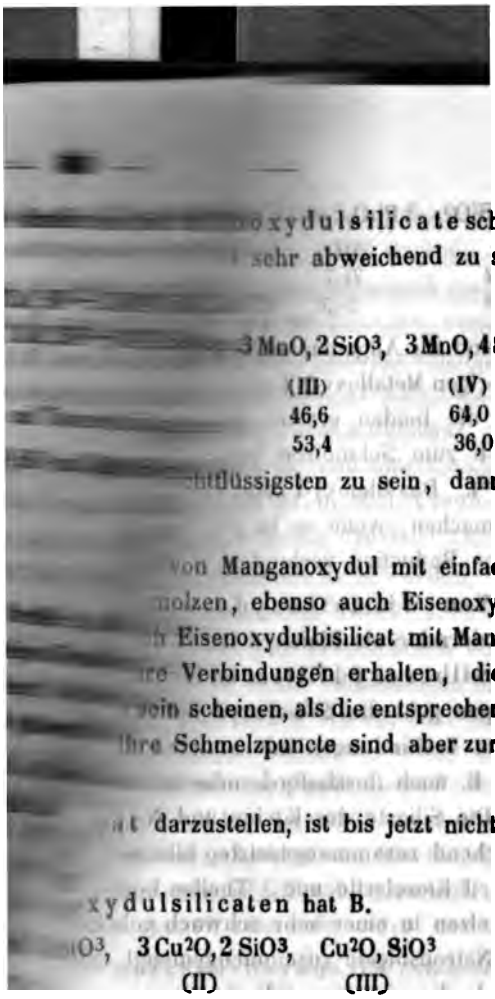
nach den Formeln $3BaO, SiO^3$, $3BaO, 2SiO^3$, BaO, SiO^3, euer im Kohlentiegel 3 sehr gut geflossene, mit Wasser riechende, in Königswasser nur schwierig (besonders eifbare Schlacken, von denen sich III. am glasigsten hat gefunden, dass sich II. vollständig bei 1818° im el bildet.

iner Verbindung von Kieselerde mit Schwefelcalcium nach der Formel CaO, SiO^3) 6,18 Kieselerde und 92,0 mmen, erhielt aber nur bei 1932° eine zusammenge- eicht zerreibliche Masse, dagegen erhielt derselbe aus

	(I)	(II)
selerde	48,6	45,0
werspath	15,2	30,5
lensaure Kalkerde	73,54	62,2

iechende Schlacken, welche beide bei 1890° im Kohlen- geschmolzen waren.

Sulphosilicat von Baryt und Thon aus 54 Kieselerde,



oxydulsilicate scheint
sehr abweichend zu sein.

$3MnO, 2SiO^3$, $3MnO, 4SiO^3$

(III)	(IV)
46,6	64,0
53,4	36,0

chtflüssigsten zu sein, dann II.,

von Manganoxydul mit einfachen
nolzen, ebenso auch Eisenoxydul-
Eisenoxydulbisilicat mit Mangan-
re Verbindungen erhalten, die im
ein scheinen, als die entsprechenden
hre Schmelzpuncte sind aber zur Zeit

t darzustellen, ist bis jetzt nicht ge-

xydulsilicaten hat B.

O^3, $3Cu^2O, 2SiO^3$, Cu^2O, SiO^3

(II)	(III)
30,1	39,3
69,9	60,7

inen etwas strengflüssiger, als die Eisen-
.. B. bezeichnet II. als das leichtflüssigste,
ssigste.

dulsingulosilicat mit Thonerdesingulo-
$^3 + Al^2O^3, SiO^3$, gibt nach B. eine schmelzbare

ngulosilicat, Sb^2O^3, SiO^3

timonoxyd	76,7
selerde	23,3

in der Weissgluth zu einem durchscheinenden

oxydsilicaten untersuchte B.

30,5 Schwerspath und 26 Thonerde erhielt er bei 1932° nur e einer blasigen Masse zusammengeschmolzen.

Silicate der schweren Metalloxyde.

Zur Erzeugung von Silicaten der eigentlichen Metalloxyd hat man als höchste Temperatur die eines scharf ziehende Windofens angewandt. Die Chrom-, Molybdän-, Wolfram Titanoxyde &c. bilden mit Kieselerde keine einfachen schmel baren Verbindungen.

Alle einfachen Zinksilicate sind unschmelzbar, s schmelzen jedoch in Verbindung mit anderen Basen. B. erh aus verschiedenen Silicaten des Zinkoxydes und der Kal erde $3ZnO, SiO^3 + 3CaO, SiO^3$, $3ZnO, 2SiO^3 + 3CaO, 2SiO^3$ u $ZnO, 3SiO^3 + CaO, SiO^3$ gut geschmolzene Gläser, ebenso a Zink- und Thonerdesilicaten, $3ZnO, 2SiO^3 + Al^2O^3, 2SiO$ Winkler und Kersten untersuchten Silicate von Zinnoxyd konnten sie jedoch nicht einmal zu gefritteten Massen erhalte Zinnoxydsilicat und Eisenoxydsilicat gab nur eine schwach g sinterte Masse. Dagegen erhielt Winkler durch Zusamme schmelzen von Zinnoxyd und Eisenoxyd, in dem Verhältnisse v $2Fe^2O^3, 3SnO^2$ eine Schlacke, welche Krystallisation zeigte. Zi oxyd, Eisenoxyduloxyd, Kieselerde und Thonerde zusammeng schmolzen, gaben eine sehr flüssige schwarze Schlacke.

Von den Eisenoxydsilicaten untersuchte B. Fe^2O^3, SiO^3 und $Fe^2O^3, 2SiO^3$

Kieselerde	33,7	54,7
Rothes Eisenoxyd	62,3	45,3

und fand sie beide unschmelzbar. Ebenso scheinen Eisenoxyd- und Thonerdesilicate unschmelzbar zu sein, dagegen das Singulo silicat von Eisenoxyd und Kalkerde $Fe^2O^3, SiO^3 + 3CaO, SiO^3$ ein schmelzbare Verbindung zu geben.

Von Eisenoxydulsilicaten wurden untersucht

	$6FeO, SiO^3$, (I)	$3FeO, SiO^3$, (II)	$3FeO, 2SiO^3$, (III)	FeO, SiO^3 (IV)
Kieselerde	18	31	47,5	57,5
Eisenoxydul	82	69	52,5	42,5

und zu ihrer vollständigen Bildung in eisernen Tiegeln ist b II. nach P. 1789°, bei III. dagegen 1832° erforderlich. Nach B. i ebenfalls II. am leichtflüssigsten, dann folgt III., IV. und I.

den
aber
cken
as zu
en die
n, wie
zeigen,
melzung
17—1730°
erhaltenen
den, 1331°,
1360°. Ein
cken entspre-
ndigen Bildung
n, dass dagegen
in Fluss kamen.
berger Schwarz-
fand, dass zu dessen
5—1560° erforderlich
lacken bei 1331—1345°

werden die sich bilden-
den Eisenhütten, nicht aus
zusammengeschmolzen, son-
geschlagenen, bereits früher ge-
theils aus den in den Erzen &c.
g enthaltenen Oxyden. Die Tem-
ildung der neuen Schlacken in den
lle angewendet werden muss, fällt
nct der neu gebildeten Schlacke und
e erforderlich sein würde, diese neue
elnen einfachen Oxyden zu bilden. P. hat
Versuche angestellt und gefunden, dass zur
lzung von 4 ähnlich oder gleich zusammen-
ken wie oben, jedoch aus solchen Stoffen,
ebe von der Hütte genommen werden, eine
60° erforderlich war, und dass die erhaltenen

	$3PbO, SiO^3$, (I)	$3PbO, 2SiO^3$, (II)	PbO, SiO^3, (III)	$PbO, 2SiO^3$ (IV)	und $PbO, 4SiO^3$ (V)
Kieselerde	12,2	21,7	29,4	43,6	62,6
Bleioxyd	87,8	78,3	70,6	54,4	37,4

Sie sind im Allgemeinen bei weitem leichtschmelzender, als die bisherigen Metalloxydsilicate und schmelzen die ersten IV., besonders die beiden ersten, schon in der Probiermuffel, V. bedarf jedoch zum Schmelzen einer etwas höheren Hitze (also über 1173°). Das Bleioxyd kann alle Silicate ohne Ausnahme schmelzbar machen, wenn es in angemessener Menge hinzugesetzt und dessen Reduction verhindert wird.

Vom Wismuthoxyde weiss man, dass es noch flussbefördernder als Bleioxyd ist.

Silberoxydsilicat ist bis jetzt noch nicht rein dargestellt, dagegen geht das Silberoxyd bei den Blei- und Silberhüttenprocessen Verbindungen mit anderen Silicaten ein und wirkt dann nach B. noch flussbefördernder als das Bleioxyd.

Die Silicate des Kalis und Natrons sind von allen entsprechend zusammengesetzten Silicaten die leichtschmelzendsten. 1 Theil Kieselerde mit 3 Theilen kohlensaurem Kali oder Natron schmelzen in einer sehr schwach geheizten Probiermuffel. Kali- und Natronsilicate zusammengemengt sind noch leichtschmelzender als die einzelnen Silicate.

Hauptresultate aus den Schmelzproben.

Die bisher angestellten Schmelzversuche führen zu dem Resultate, dass die Schmelzbarkeit zusammengesetzter Silicate stets und mitunter sehr viel grösser ist, als die Rechnung für die mittlere Schmelzbarkeit der integrierenden einfachen Silicate ergeben würde. Alle oben angeführten Silicate aus je zwei Erden oder Metalloxyden werden daher durch ein geeignetes noch hinzutretendes drittes, viertes &c. Silicat leichtschmelzender gemacht.

P. hat beobachtet, dass die Temperatur, welche erforderlich ist, um zusammengesetzte Silicate aus den einzelnen frischen Erden zu bilden, beträchtlich höher liegt, als die Temperatur, bei welcher dieselben bereits gebildeten Silicate wieder in Fluss gebracht werden können. Er schmolz zwei gewöhnlichen Eisenhohofenschlacken entsprechende Verbindungen zusammen, die

nd, dass zur Bildung von diesen beiden Schlacken aus den nzelnen Bestandtheilen 1876° erforderlich waren, dass aber e eine der durch dieses Zusammenchmelzen gebildeten Schlacken hon bei 1431°, die andere bei 1445° wieder in Fluss zu ingen war. P. brachte ferner zu zwei anderen Silicaten die nzelnen Bestandtheile in solchen Verhältnissen zusammen, wie sich gewöhnlich in den Freiberger Rohschlacken zeigen, d fand, dass zu ihrer vollständigen Bildung und Schmelzung i der einen Probe 1675—1690°, bei der andern 1717—1730° rderlich waren. Die von der ersten Probe erhaltenen lacken bedurften, um wieder geschmolzen zu werden, 1331°, von der zweiten Probe zu demselben Zweck 1360°. Ein eres Silicat wog P. den Freiberger Bleischlacken entspre- nd zusammen und fand, dass zu seiner vollständigen Bildung Schmelzung 1445—1460° erforderlich waren, dass dagegen gebildeten Schlacken bei 1317° wieder in Fluss kamen. wog P. noch ein anderes Silicat den Freiberger Schwarz- erschlacken entsprechend zusammen und fand, dass zu dessen ständiger Bildung und Schmelzung 1546—1560° erforderlich en, dass dagegen die gewonnenen Schlacken bei 1331—1345° er in Fluss kamen.

Bei den Schmelzofenprocessen werden die sich bilden- Schlacken, ausser häufig bei den Eisenhütten, nicht aus freien einzelnen Bestandtheilen zusammengeschmolzen, son- sie bilden sich theils aus zugeschlagenen, bereits früher ge- eten Silicaten (Schlacken), theils aus den in den Erzen &c. lt mannigfacher Verbindung enthaltenen Oxyden. Die Tem- tur, welche daher zur Bildung der neuen Schlacken in den melzöfen in diesem Falle angewendet werden muss, fällt schen den Schmelzpunct der neu gebildeten Schlacke und Temperatur, welche erforderlich sein würde, diese neue lacke aus den einzelnen einfachen Oxyden zu bilden. P. hat hierüber einige Versuche angestellt und gefunden, dass zur ung und Schmelzung von 4 ähnlich oder gleich zusammen- setzten Rohschlacken wie [illegible] jed[illegible] solchen Stoffen, sie beim Betriebe von [illegible]n, eine peratur von 1560° [illegible] [illegible]lenen

…nd docimastischen Schriften
…der metallurgisch-analytischen
…eipzig 1836. — Merbach's
…eluft. Leipzig 1840, pag. 312)
…hen chemischen abweichende
…cate.

…yschrift und bezeichnet 1 Atom
…e Menge Base, welche 3 Atom
…mit 1 Atom Kieselsäure zu einem
…dem ersten Buchstaben &c. seines
…deutet:

$F = Fe^2O^3$
$f = 3\,FeO$
$Mn = Mn^2O^3$
$mn = 3\,MnO$
$aq = HO$

…ch Vorstehendem die Formeln des Chemi-
…llurgen (und Mineralogen) leicht überführen
nachstehende Beispiele zeigen:

$[Al^2O^3, 3\,SiO^3) + 6\,HO = CS^3 + 4\,AS^3 + 6\,aq$
$^2O^3, 3\,SiO^3 = 2\,BS^3 + FS^3$
$^3aO, FeO)^3, SiO^3] = FS + 2(C, f)S.$

II. Zusammenstellung der Wärmeeffecte von Brennmaterialien verschiedenen Grade des Glühens und der Schmelzpuncte schiedener Metalle und Hüttenproducte [1]).

	Absoluter Wärmeeffect C = 1	Specifischer Wärmeeffect C = 1	Pyrom Wär Schm rat.
Zinn, Wismuth, Blei, Zink und Antimon schmelzen	—	—	230
Anfangendes Glühen	—	—	525
Dunkelrothgluth	—	—	700
Anfangende Kirschrothgluth	—	—	800
Starke Kirschrothgluth	—	—	900
Rothe Glätte schmilzt	—	—	954
Völlige Kirschrothgluth	—	—	1000
Roh-, Blei- und Kupferstein schmelzen	—	—	1000
Silber schmilzt	—	—	1023
Schwarzkupfer schmilzt	—	—	1027
Dunkel Gelbrothgluth	—	—	1100
Gold schmilzt	—	—	1102
Kupfer schmilzt	—	—	1173
Helles Glühen	—	—	1200
Weissgluth	—	—	1300
Blei- und Bleisteinschlacken schmelzen	—	—	1315
Rohschlacke schmilzt	—	—	1330
Schwarzkupferschlacke schmilzt	—	—	1345
Eisenhohofenschlacke schmilzt	—	—	1390
Starke Weissgluth	—	—	1400
Gasförmige Brennmaterialien	0,080—0,205	0,00010—0,00027	1450
Blendende Weissglühhitze	—	—	1500
Gusseisen	—	—	1500
Holz	0,36—0,62	0,41—0,28	1575
Torf	0,37—0,65	—	1575
Stahl	—	—	1700
Braunkohle	0,43—0,85	—	1800
Stabeisen	—	—	1900
Steinkohle mit 5 Procent hygr. Feuchtigkeit und 5 Procent Asche	0,79—0,96	1,06—1,44	2200
Torfkohle	0,33—0,85	—	2050
Holzkohle	0,64—0,97	0,10—0,20	2100
Coks mit nicht über 5 Proc. Asche	0,84—0,97	0,33—0,46	2350
Platin	—	—	2534

[1]) Scheerer, Metallurgie. I., 378.

Atomgewichte und specifische Gewichte der einfachen Körper.

		Atomgew.	Spec. Gew.
Aluminium	Al	13,7	2,67
Antimon	Sb	120,3	6,7
Arsen	As	75	5,7
Baryum	Ba	68,5	4,0
Beryllium	Be	4,7	—
Blei	Pb	103,7	11,4
Bor	B	10,9	—
Brom	Br	80	2,9
Cadmium	Cd	56	8,6
Calcium	Ca	20	3,1
Cerium	Ce	47	—
Chlor	Cl	35,5	2,4
Chrom	Cr	26,7	6,0
Didym	D	48	—
Eisen	Fe	28	7,7
Erbium	E	—	—
Fluor	Fl	19	—
Gold	Au	197	19,2
Jod	J	127,1	4,9
Iridium	Ir	99	15,8
Kalium	K	39,2	0,8
Kobalt	Co	29,5	8,5
Kohlenstoff	C	6	3,5
Kupfer	Cu	31,7	8,8
Lanthan	La	47	—
Lithium	Li	6,5	—
Magnesium	Mg	12	1,78
Mangan	Mn	27,6	8,0
Molybdän	Mo	46	8,6
Natrium	Na	23	0,9
Nickel	Ni	29,6	9,0
Niobium	Nb	—	—
Norium	No	—	—
Osmium	Os	99,6	10,0

		Atomgew.	Specif. Gew
Palladium	Pd	53,3	12,0
Phosphor	P	31	1,7
Platin	Pt	98,7	21,4
Quecksilber	Hg	100	13,5
Rhodium	Rh	52,2	11,2
Ruthenium	Ru	52,2	—
Sauerstoff	O	8	1,1
Schwefel	S	16	1,9
Selen	Se	39,5	4,3
Silber	Ag	108,1	10,5
Silicium	Si	21,3	—
Stickstoff	N	14	0,9
Strontium	Sr	43,8	—
Tantal	Ta	184	—
Tellur	Te	64,2	6,2
Terbium	Tb	—	—
Thorium	Th	59,6	—
Titan	Ti	25	5,3
Uran	U	60	—
Vanadium	V	68,6	—
Wasserstoff	X	1	0,07
Wismuth	Bi	208	9,8
Wolfram	W	92	17,4
Yttrium	Y	—	—
Zink	Z	32,6	6,8
Zinn	Sn	58	7,3
Zirkonium	Zr	22,4	—

Ein Unterschied zwischen Atom und Aquivalent is
gemacht worden, so dass z. B. Cl, H, Sb &c. den We
früheren Doppelatome haben.

Register.

A.

299.
302.
155, 170.
er 52.
alen 85.
115.
65.
8, 189, 226.
54, 300.
299.

arstellung 238.

15, 393, 401.
silber 326.
362.
6.
e 287, 347.
rben 73, 169, 289.
8, 541.
r.
rür 351.
crudum 402.
elglanz 436.
en 402.
r 286, 300.
wicht 22.
7, 114, 515.
5, 316, 437.
212, 487, 489.
nung 256.
351.
4.
ire 491.
e Silbererze 298.
7.
487.

Arsennickelglanz 436.
Arsensulphuride 496.
Aschengehaltsbestimmung 531.
Aufbereitungsabgänge 168, 186.
Auflösen 155.
Aufs Musterlegen der Smalteproben 462.
Aufschliessen 96, 219, 226.
Ausgiessblech 84, 291.
Aushiebprobe 133.
Ausspülwasser 376.
Aussüssen 156.
Austreiben 156.
Auswässern 376.

B.

Backkohle 539.
Barrenprobe 317.
Becherglas 84.
Beinasche 60, 372.
Beschickungsproben 280.
Blaufarbenglasproben 457.
Blei 122, 212.
Bleiblech 87.
Bleiglanz 167.
Bleiglas 126.
Bleiglätte 125, 212, 227.
Bleikrätz 188.
Bleilegierungen 169, 191.
Bleiproben 165, 547.
Bleirauch 171, 188.
Bleisack 303, 325.
Bleischerben 74, 169.
Bleischlacken 168, 188, 189, 244.
Bleistein 167, 171, 188, 223, 244, 297, 437.
Bleischwere 123, 303.
Bleispeise 437.
Bleitute 74.

Bleivitriol 168, 188.
Bleizucker 125.
Blicken 324.
Blicksilber 223, 226, 326.
Blutlaugensalz 549.
Bohnerz 243.
Bohrer 82.
Bohrprobe 134.
Borax 116.
Boraxglas 117, 383.
Bournonit 193, 196.
Brandsilber 326.
Brauneisenstein 243.
Braunit 470.
Braunkohle 508, 538.
Braunkohlencokes 509, 538.
Braunsteinproben 470.
Brennen 145.
Brennkraft 515.
Brennstoffe 137, 508.
Bronze 316.
Bruchsilber 326.
Buntkupfererz 193.
Bürette 86, 157, 239, 544.

C.

Calcinieren 145.
Capelle 58, 207.
Capellenraub 370.
Capellenzug 284, 326, 370, 554.
Cementkupferschliecbe 213.
Centnergewicht 18.
Chamäleonlösung 240, 276.
Chilisalpeter 113.
Chlorblei 168.
Chlorwasserstoffsäure 90.
Chrombestimmung 257.
Chromeisenstein 380, 464.
Chromprobe 464.
Chromsaures Kali 464.
Cokes 542.
Cokescapelle 81.
Cokespulver 92.
Colophonium 94.
Colorimetrische Proben 158, 194, 222, 242, 277, 455, 546, 551.
Complementair-Colorimeter 194, 236.
Concentrationsschmelzen 313.
Condurrit 193.
Cupellation 58, 154, 300, 354.
Cyankalium 176, 549, 551.

D.

Darrkupfer 317.
Darrschlacke 194.
Decantieren 156.
Denär 349.
Destillieren 154.
Destillierofen 42.
Digerieren 155, 380.
Digerierglas 84.
Digerierfeuer 52.
Dürrerz 288, 296.

E.

Eindampfen 155.
Einwiegwaage 15.
Eisenchlorür 350.
Eisendraht 126, 177.
Eisenfrischschlacke 244.
Eisenglanz 243.
Eisenhammerschlag 127.
Eisenhohofenschlacken 244.
Eisennickelkies 436.
Eisenproben 242, 551.
Eisensteine 243.
Eisentute 75.
Eisenvitriol 350.
Erdkobalt 437, 452.
Erfrieren der Proben 295, 300.
Ersaufen der Proben 300.
Erztaxe 160.
Eschel 452.
Essigsäure 91.
Exsiccator 55.
Extractionssilber 326.

F.

Fahlerz 193, 196, 219, 220.
Federglätte 301.
Feile 83.
Feinprobe 317.
Filtrieren 155.
Flammenfeuer 510.
Fliegenstein 122, 489.
Flussspath 118.
Fluthafter 168, 186, 287, 311.
Frischblei 223, 313.

G.

Gaarkrätz 298.
Gaarkupfer 203, 316.
Gaarmachen 154, 203.
Gaarscherben 73, 203.
Gabelkluft 83, 291.
Galmei 411.
Gasbrenner 373.
Gebläsedestillierofen 45.
Gebläseofen 45.
Gebläsetiegelofen 51.
Gelbbleierz 168, 187.
Gelbeisenstein 243.
Gemischte Karatierung 356.
Gewichte 17.
Giftmehl 489.
Glanzkobalt 451, 497.
Glanzmanganerz 471.
Glas 118.
Glasröhren 84.

89, 223.
36.
10.

344.
384.
345.
Blei 379
Eisen 378.
Quarz 350
Quecksilber 378.
Wismuth 378.
344, 556.
icht 20.

be 136.
149.
78.
inerz 471.
nz 402.
168, 187.

M.

).
362.
es 437, 452.
rz 471.
471.
5, 526.
ier 168, 189, 299.
2.
iegel 78.
82.
13.
1.
09, 533.
381.

I.

354.
silber 355, 383.
383, 392.
es Gold 379.
381.
ak 382.

K.

107.

0.
20.
all 215, 316.
t 349, 358.

17.
lein 243.
121.

Kieselzinkspath 410.
Kläre 60.
Kleesäure 351.
Kluft 83.
Knochenmehl 59.
Kobaltarsenkies 436, 487.
Kobaltbeschlag 437.
Kobaltblüthe 437, 452.
Kobaltglanz 436.
Kobaltkies 436, 452.
Kobaltproben 451.
Kobaltspeise 437, 452.
Kobaltvitriol 437.
Kochsalz 15, 97.
Kohlenbohrer 83.
Kohlencapelle 81.
Kohlenpulver 92, 149.
Kohlensäureapparat 84.
Kohlensaures Ammoniak 94, 150.
Kohlenscheere 83.
Kolben 84
Königsblau 452.
Königswasser 90.
Korkbohrer 84.
Kornblei 124, 288.
Kornwaage 14.
Kornzange 87, 362.
Kratzbürste 87.
Kratze 83.
Krätzschliech 172.
Kühleisen 83.
Kühlrohr 84.
Kupfer 127.
Kupferantimonglanz 193.
Kupferasche 213.
Kupfergaarschlacken 213, 219, 223, 226.
Kupferglanz 193.
Kupferindig 193.
Kupferkies 193, 498.
Kupfernickel 437, 487.
Kupferproben 192, 550.
Kupferschiefer 195, 219, 242.
Kupferschlacken 194, 213, 244.
Kupferspeise 193.
Kupferstein 193, 299.
Kupferverblaseschlacken 213.
Kupfervitriol 194, 213.
Kupferwismuth 220.

L.

Laminieren 369.
Lasur 194.
Lech 313.
Lechprobe 349, 498, 502.
Legierungen 133.
Libelle 88.
Löthrohrwaage 14.

Loupe 88.
Luftbad 55.

M.

Magnet 88.
Magneteisenstein 243, 380.
Malachit 194, 213.
Manganerze 470.
Manganit 471.
Marienbad 339.
Markgewicht 19, 317.
Marmor 120.
Massanalysen 86, 157, 237.
Medicinalgewicht 22.
Mehl 93, 106.
Mehlprobe 143.
Meissel 82
Mengkapsel 88.
Mergel 65.
Messing 215, 316
Metallkönig 382.
Möllerprobe 141.
Mönch 66, 78.
Morasterz 243.
Mörser 82.
Muffel 24, 26, 79, 169
Muffelöfen 24, 147, 374
Mühlgold 354.
Münzprobe 317, 326.
Musterflüssigkeiten 224.

N.

Nässprobe 143.
Natrometer 102.
Natronsalpeter 113, 546.
Nickelarsenkies 487.
Nickelblüthe 437.
Nickelmetall 437.
Nickeloxyd 437.
Nickelproben 433.
Nickelsmaragd 437.
Nickelspeise 437.
Nickelwismuthglanz 436.
Nonne 66, 58.
Normalkochsalzlösung 332.

O.

Ofenbrüche 167.
Osmiridium 380, 383.
Osmium 380, 383.

P.

Palladium 380, 383, 392.
Palladiumhaltiges Gold 379.
Passauer Tiegel 78
Phosphorbestimmung 256, 532.
Phosphorsalz 118.
Pickschiefer 194, 213.
Pincette 88.
Pinsel 88.
Pipette 86, 87, 332.
Platinerze 379, 380.
Platinhaltiges Gold 379.
Platinoxydkali 370.
Platinproben 379
Platinrückstände 382.
Platinsand 379.
Platinschmelzofen 50.
Polybasit 287.
Porzellantiegel 84
Pottasche 94, 169
Probenlöffel 82.
Probenehmen 133.
Proberöhre 84.
Probenzettel 160
Probenzurichten 141.
Probierblei 122.
Probieresse 45.
Probiergaden 3.
Probiergewichte 17.
Probierlaboratorium 56.
Probiernadel 317, 356.
Probierofen 24, 35.
Probierstein 318, 355.
Psilomelan 471.
Pyrolusit 470.

Q.

Quartation 353.
Quarz 121, 380
Quecksilber 393.
Quecksilberdestillierofen 43.
Quecksilberhornerz 395.
Quecksilberlebererz 394.
Quecksilberproben 393.
Quetschhahnbürette 87, 239.

R.

Raseneisenstein 243.
Raspel 83.
Rauschgelb 487, 491.
Realgar 487, 494
Regulus 404.
Regulus antimonii 82.
Reibschale 82.
Remedium 159, 285.
Retorte 79, 84.
Rhodium 380, 383, 392.
Rhodiumhaltiges Gold 378.
Richtpfenniggewicht 20.
Roggenmehl 93.
Roher Fluss 104.
Röhren 79.
Rohstein 299.
Rösten 149, 151, 195 &c.
Röstscherben 73, 149.
Rothbleierz 187.
Rotheisenstein 243.
Rothe Karatierung 356.
Rothgiltigerz 287.

ererz 194, 213.
erz 411.
84.
m 380, 383.

S.

52.
381, 382.
107.
robe 107, 545.
äure 88.
alzsäure 90.
90.
52.
e 539.
83.
g durch die Quart 354.
ilveruntersuchung 113.
17.
n 152.
iegel 74, 153.
obe 135.
fel 82.
tock 83.
344.
isenstein 471.
r Fluss 104, 176, 199.
upfer 202, 316, 436.
nachen 198.
nanganerz 471.
che Kupferprobe 194.
498.
antimon 402.
cyankalium 280.
bestimmung 256, 530.
erde 498.
kies 498, 524, 528.
natriumlösung 221, 238.
proben 498.
säure 91.
wasserstoffgasapparat 84,

icher Gebläseofen 48.
d 354.
380.
g 346.

S.
erz 287.
nz 286.
iger Bleiglanz 296.
iges Eisen 315.
iges Zink 314.
iges Zinn 314.
ferglanz 257.
ben 382, 552.
60.
le 539.
', 204, 321, 359.

Smalte 437, 452, 457.
Soda 102.
Sodapapiercylinder 384.
Spanprobe 136.
Spatel 88.
Spatheisenstein 243.
Specifisches Gewicht 514.
Speise 299.
Speiskobalt 437, 451, 487.
Sphärosiderit 243.
Spinell 380.
Spinne Plattnersche 148.
Spirituslampe 154, 203.
Spitzzange 363.
Spleissen 154, 203.
Spleissscherben 73.
Spratzen 302, 324.
Sprödglaserz 286.
Stahlmörser 82.
Stärkemehl 93.
Staubgold 367
Steinkohle 508, 539.
Steinkohlencokes 509, 539.
Stockprobe 326.
Stockscheere 83.
Streublau 452.
Sublimieren 154.
Sumpferz 243.

T.

Tellursilber 286.
Tennanti 487
Thermometer 88.
Thon 121, 259.
Thonanalysen 71.
Thonerde 121.
Thongefässe 70.
Tiegel 71.
Tiegelofen 35.
Tiegelprobe 326.
Tiegelzange 83, 147.
Titanbestimmung 257, 551.
Titaneisen 380, 281.
Titriermethoden 86, 157, 237, 274, 330, 482, 507, 554.
Tomback 316.
Torf 509, 536.
Torfkohle 509, 536.
Treiben 300.
Trichter 84.
Trichterteller 84.
Trockenfeuer 52.
Trockne Destillation 509.
Tute 75.

U.

Uhrglas 84.

V.

Vanadinbestimmung 257, 551.

Varvicit 471.
Vercoken 508, 527.
Verkohlen 502, 527.
Verkrachen 115.
Volumetrische Proben 86, 167, 227, 274, 330, 482.
Vorlage 84, 381.
Vorwaage 15.

W.

Waage 12.
Walzenmehl 93.
Walzwerk 82, 363.
Wardeinschein 160.
Wärmeeinheiten 517, 522.
Wärmeeffect absoluter 515.
Wärmeeffect pyrometrischer 526.
Wärmeeffect specifischer 525.
Waschgold 354.
Wasser 91.
Wasserbad 54, 380.
Wasserkessel 57.
Weichmanganerz 470.
Weissbleierz 168, 169.
Weisser Fluss 104.
Weisse Karatierung 356.
Weissnickelkies 437, 457.
Weissofenschlacken 244.
Weisstellur 314.
Weltersches Gesetz 518, 519.
Werkblei 223, 314.
Werthbestimmung der Er
Wiesenerz 243.
Willemit 411.
Windofen 35, 147.
Wismuthglanz 466.
Wismuthhaltige Glätte 41
Wismuthhaltige Testasche
Wismuthkobalterz 454.
Wismuthocher 466.
Wismuthproben 466, 557
Wolfram 427.

Z.

Zaffer 452.
Zange 52.
Zinkblende 411, 415.
Zinkblüthe 411.
Zinkische Silbererze 298.
Zinkproben 416.
Zinkspath 416.
Zinngekrätz 422.
Zinnkies 421.
Zinnober 393, 400.
Zinnproben 421.
Zinnschlacken 422, 431.
Zinnstein 421.
Zirkon 380.
Zucker 94.
Zuckerkohle 94.
Zugdestillierofen 43.
Zugofen 35.

1

DRUCK DER SCHWEIGERSCHEN OFFICIN ZU CLAUSTHAL

Taf. I.

Fig.

Fig. 9.

F

Fig. 15.

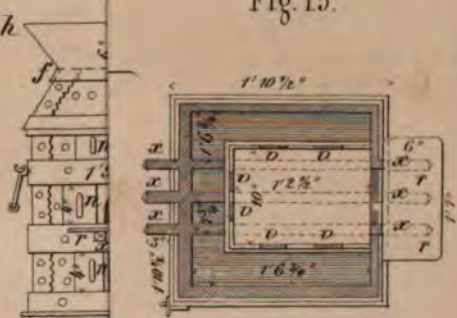
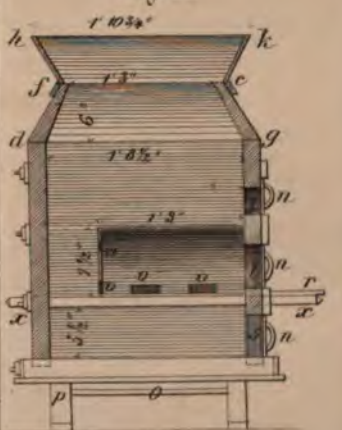
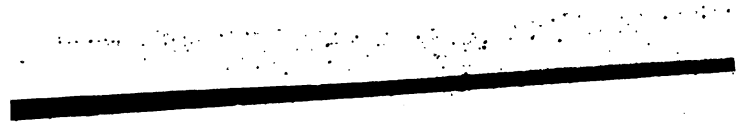


Fig. 20.

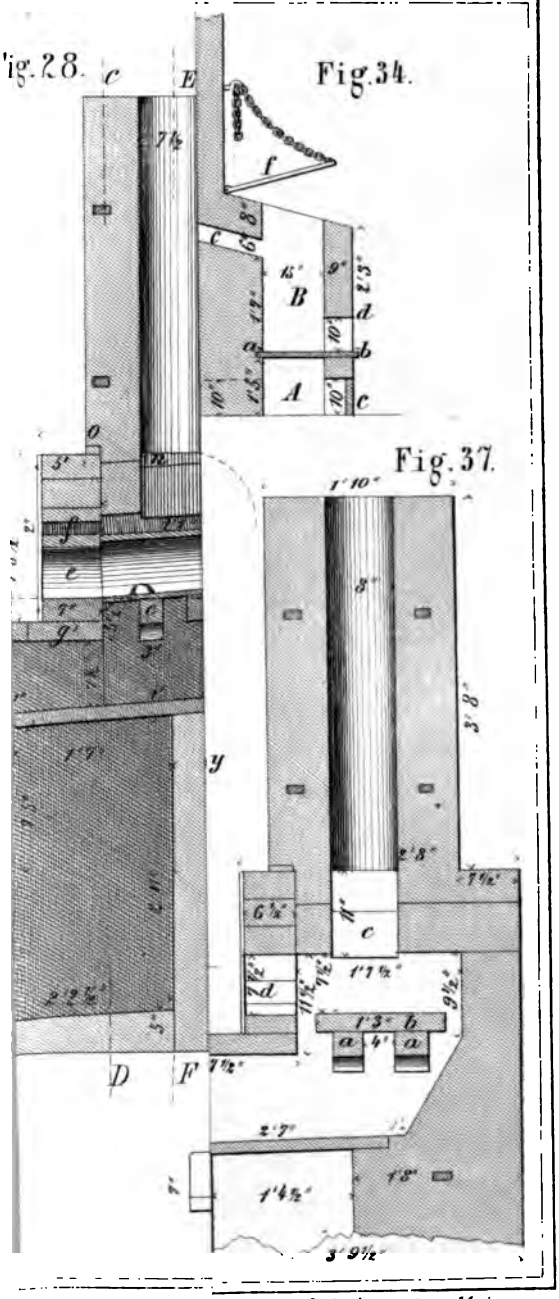
Fig. 17.



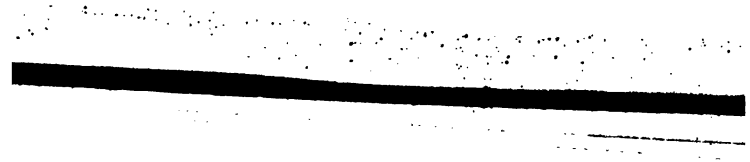
...nst. von J. Steinmetz, Meissen.

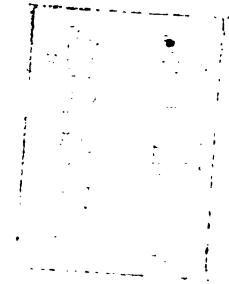


Taf. II.



Anst. v. J. Steinmetz, Meissen.





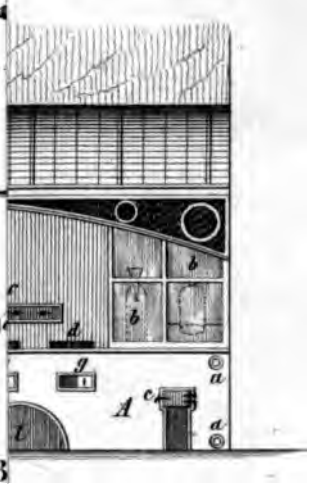


Fig. 51.

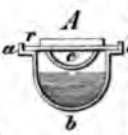


Fig. 53

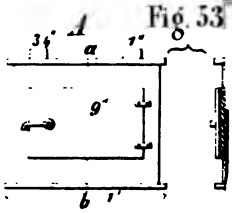


Fig. 70.

Fig. 54.

72.

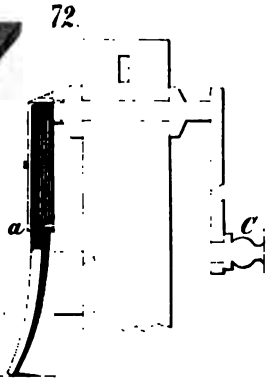


Fig. 73.

ig. 55.

Fig. 74.

Lith. Anst. v. J. Steinmetz, Meissen.

THE NEW YORK
PUBLIC LIBRARY
ASTOR, LENOX AND
TILDEN FOUNDATIONS
R

Fig. 94.

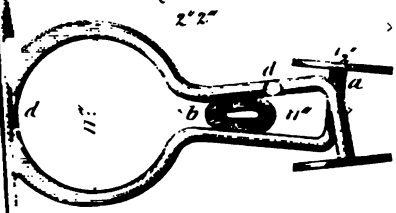


Fig. 100.

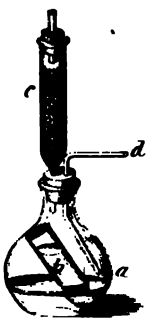
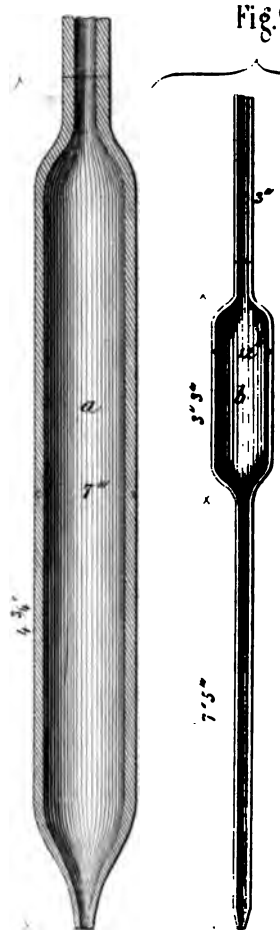
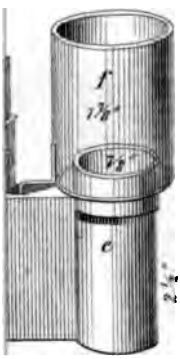
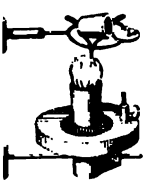


Fig. 96.



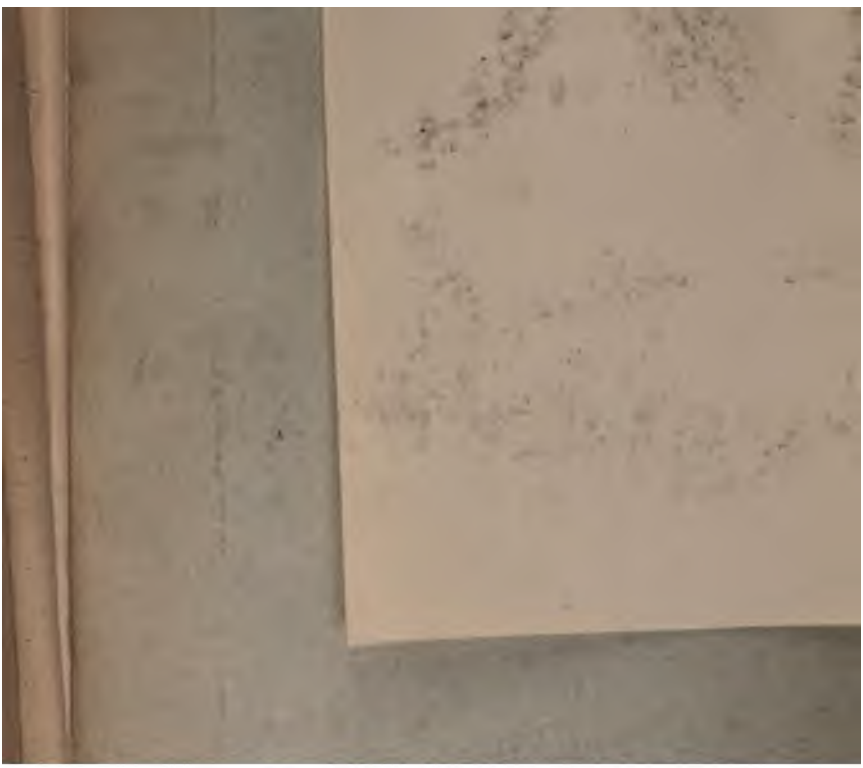


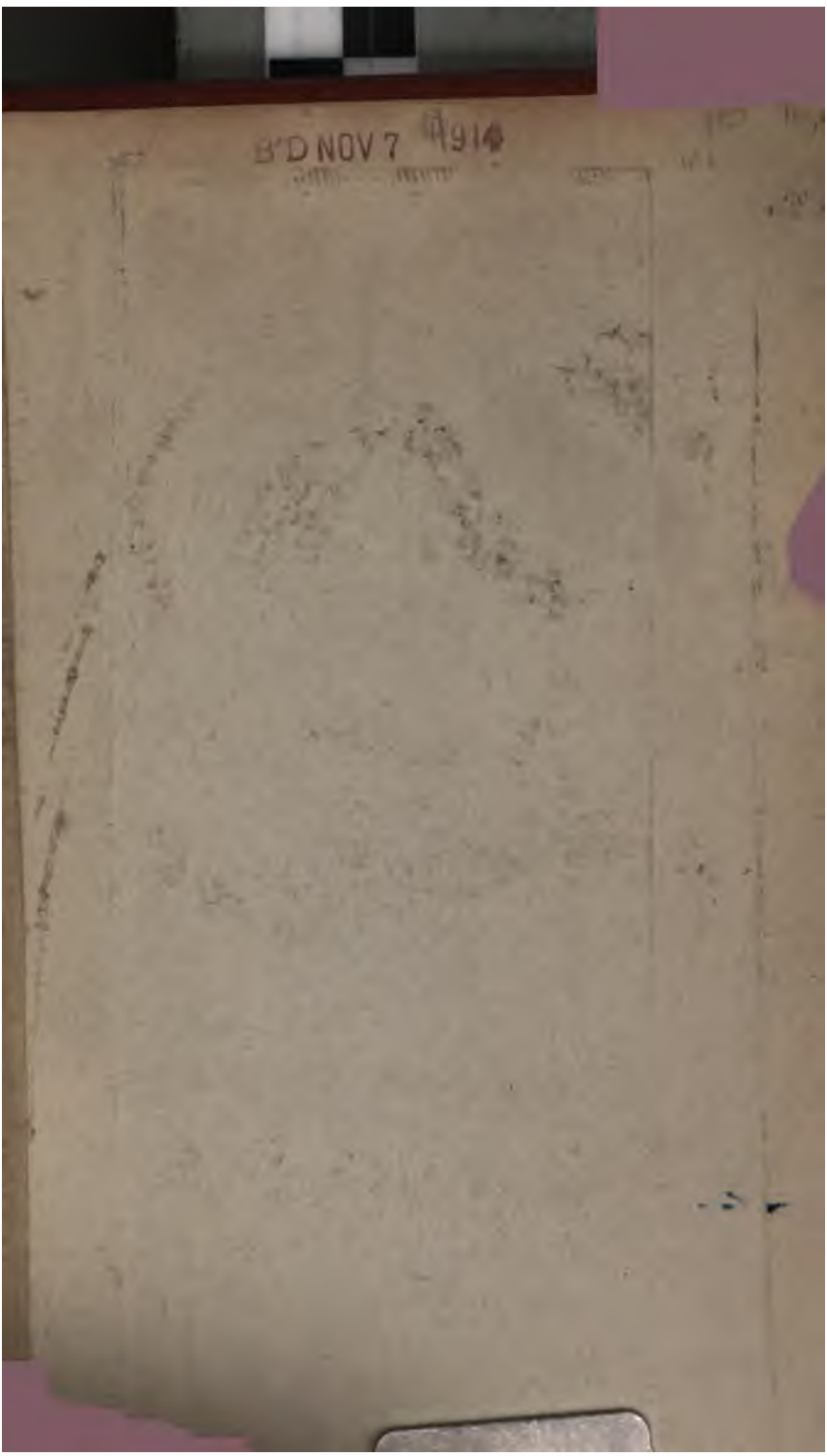


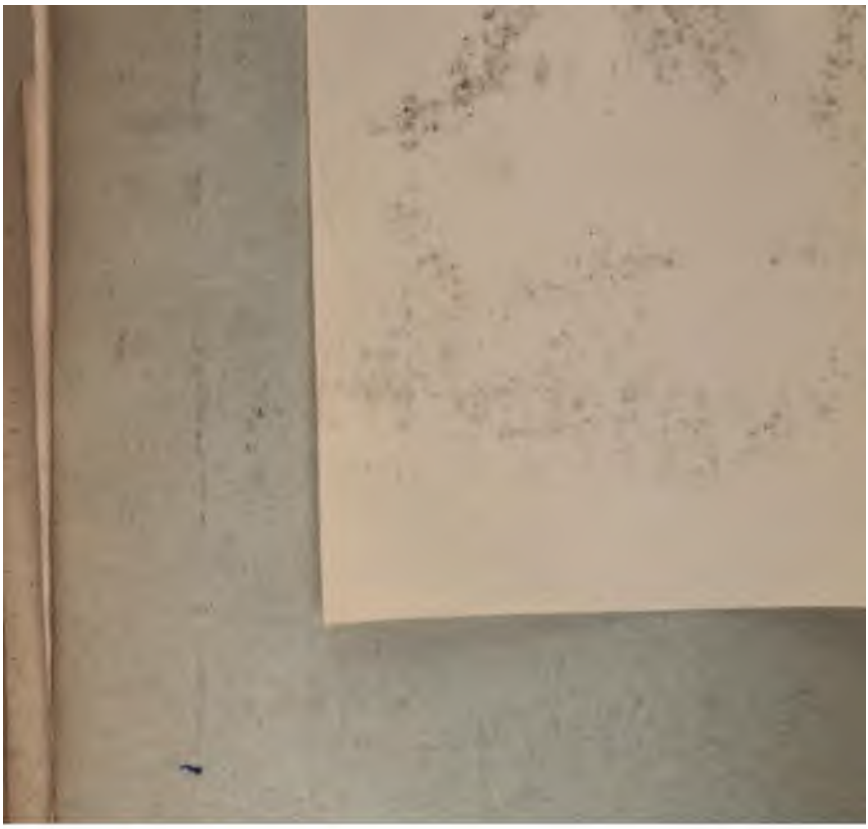
Lith. Inst. v. J. Steinmetz, Meissen.

THE NEW YORK
PUBLIC LIBRARY

ASTOR, LENOX AND
TILDEN FOUNDATIONS
R L




B'D NOV 7 1914



B'D NOV 7 1914